### (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2003-157977 (P2003-157977A)

(43)公開日 平成15年5月30日(2003.5.30)

(51) Int.Cl.7	識別記号	<b>F</b> I	テーマコード(参考)
H05B 33/14		H05B 33/14	B 3K007
C09K 11/0	6 3 5	C09K 11/06	6 3 5
	6 6 0		660
	690		690
H05B 33/22		H 0 5 B 33/22	В
	審査請求	未請求 請求項の数8 〇日	し(全 55 頁) 最終頁に続く
(21)出願番号(22)出願日	特願2001-353764(P2001-353764) 平成13年11月19日(2001.11.19)	(72)発明者 石田 努	田区震が関三丁目2番5号 浦市長浦580-32 三井化学株
			浦市長浦580-32 三井化学株
		(72)発明者 田辺 良満 千葉県袖ケ? 式会社内	補市長浦580-32 三井化学株

### (54) 【発明の名称】 有機電界発光素子および新規チオフェン化合物

### (57)【要約】

【課題】 発光効率に優れ、高輝度に発光する有機電界発光素子および新規チオフェン誘導体を提供すること。 【解決手段】 一対の電極間に、一般式(1)で表される化合物を少なくとも一種含有する層を、少なくとも一層挟持してなる有機電界発光素子、および一般式(1)で表される新規チオフェン誘導体。

$$\begin{array}{c}
Z_1 \\
Z_2 \\
R_3
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
Z_2 \\
Ar_1
\end{array}$$
(1)

(式中、 $R_1 \sim R_3$  はそれぞれ独立に、水素原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、置換または未置換のアリール基、あるいは置換または未置換のアラルキル基を表し、A  $r_1$  およびA  $r_2$  は置換または未置換のアリール基を表し、さらに、A  $r_1$  とA  $r_2$  は結合している窒素原子と共に含窒素複素環を形成してもよい、を表し、 $Z_1$  および $Z_2$  は水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または

環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ 基、置換または未置換のアリール基、置換または未置換 のアラルキル基、あるいは置換または未置換のアミノ基 を表す。)

最終頁に続く

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 一対の電極間に、一般式(1)で表され る化合物を少なくとも一種含有する層を、少なくとも一 層挟持してなる有機電界発光素子。

#### 【化1】

$$\begin{array}{c}
Z_1 \\
Z_2 \\
R_2 \\
R_3
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
Z_2 \\
Ar_1 \\
Ar_1
\end{array}$$
(1)

(式中、R1~R3はそれぞれ独立に、水素原子、直鎖、 分岐または環状のアルキル基、置換または未置換のアリ ール基、あるいは置換または未置換のアラルキル基を表 し、Ar1およびAr2は置換または未置換のアリール基 を表し、さらに、Ar1とAr2は結合している窒素原子 と共に含窒素複素環を形成してもよい、を表し、Z1お よびZ2は水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または 環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ 基、置換または未置換のアリール基、置換または未置換 20 のアラルキル基、あるいは置換または未置換のアミノ基 を表す。)

【請求項2】 一般式(1)で表される化合物を含有す る層が、さらに、発光性有機金属錯体を含有することを 特徴とする請求項1に記載の有機電界発光素子。

【請求項3】 一般式(1)で表される化合物を含有す る層が、さらに、トリアリールアミン誘導体を含有する ことを特徴とする請求項1に記載の有機電界発光素子。 【請求項4】 一般式(1)で表される化合物を含有す る層が、発光層である請求項1~3に記載の有機電界発 30

【請求項5】 一般式(1)で表される化合物を含有す る層が、正孔注入輸送層層である請求項1に記載の有機 電界発光素子。

一対の電極間に、さらに、正孔注入輸送 【請求項6】 層を有する請求項1~4に記載の有機電界発光素子。

【請求項7】 一対の電極間に、さらに、電子注入輸送 層を有する請求項1~6に記載の有機電界発光素子。

【請求項8】 下記一般式(1)で表されるチオフェン 化合物。

#### 【化2】

光素子。

$$\begin{array}{c}
Z_1 \\
Z_2 \\
Z_3
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
Z_2 \\
X_1 \\
X_2 \\
X_1
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
X_1 \\
X_2 \\
X_1
\end{array}$$

(式中、R1~R3はそれぞれ独立に、水素原子、直鎖、 分岐または環状のアルキル基、置換または未置換のアリ し、Ar1およびAr2は置換または未置換のアリール基 を表し、さらに、Ar1とAr2は結合している窒素原子 と共に含窒素複素環を形成してもよい、を表し、Z1お よびZ2は水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または 環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ 基、置換または未置換のアリール基、置換または未置換 のアラルキル基、あるいは置換または未置換のアミノ基 を表す。)

### 【発明の詳細な説明】

#### 10 [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、有機電界発光素子 および該発光素子に好適に使用できる新規な化合物に関 する。

#### [0002]

【従来の技術】従来、無機電界発光素子は、例えば、バ ックライトなどのパネル型光源として使用されてきた が、該発光素子を駆動させるには、交流の高電圧が必要 である。最近になり、発光材料に有機材料を用いた有機 電界発光素子(有機エレクトロルミネッセンス素子:有 機E L素子)が開発された[Appl.Phys.Lett.,51,913(19 87)]。有機電界発光素子は、蛍光性有機化合物を含む薄 膜を、陽極と陰極間に挟持された構造を有し、該薄膜に 電子および正孔(ホール)を注入して、再結合させるこ とにより励起子(エキシトン)を生成させ、この励起子 が失活する際に放出される光を利用して発光する素子で ある。有機電界発光素子は、数V~数十V程度の直流の 低電圧で、発光が可能であり、また蛍光性有機化合物の 種類を選択することにより種々の色 (例えば、赤色、青 色、緑色) の発光が可能である。このような特徴を有す る有機電界発光素子は、種々の発光素子、表示素子等へ の応用が期待されている。しかしながら、一般に、発光 輝度が低く、実用上十分ではない。

【0003】発光輝度を向上させる方法として、発光層 として、例えば、トリス(8-キノリノラート)アルミ ニウムをホスト化合物、クマリン誘導体、ピラン誘導体 をゲスト化合物 (ドーパント) として用いた有機電界発 光素子が提案されている[J. Appl. Phys., 65, 3610(198 9)]。また、発光層として、例えば、ビス(2-メチル -8-キノリノラート)(4-フェニルフェノラート) 40 アルミニウムをホスト化合物、アクリドン誘導体(例え ば、N-メチル-2-メトキシアクリドン)をゲスト化 合物として用いた有機電界発光素子が提案されている (特開平8-67873号公報)。しかしながら、これ らの発光素子も充分な発光輝度を有しているとは言い難 い。現在では、一層高輝度に発光する有機電界発光素子 が望まれている。

#### [0004]

【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は、発光 効率に優れ、高輝度に発光する有機電界発光素子を提供 ール基、あるいは置換または未置換のアラルキル基を表 50 することである。さらには、該発光素子に好適に使用で

きる新規な化合物を提供することである。

#### [0005]

【課題を解決するための手段】本発明者等は、有機電界 発光素子に関して鋭意検討した結果、本発明を完成する に到った。

【0006】すなわち本発明は、

●一対の電極間に、一般式(1)で表される化合物を少なくとも一種含有する層を、少なくとも一層挟持してなる有機電界発光素子、

[0007]

【化3】

$$\begin{array}{c}
Z_1 \\
Z_2 \\
R_2 \\
R_3
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
Z_1 \\
Ar_2 \\
Ar_1
\end{array}$$
(1)

(式中、R1~R3はそれぞれ独立に、水素原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、置換または未置換のアリール基、あるいは置換または未置換のアラルキル基を表 20 し、A r1およびA r2は置換または未置換のアリール基を表し、さらに、A r1とA r2は結合している窒素原子と共に含窒素複素環を形成してもよい、を表し、Z1およびZ2は水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、置換または未置換のアラルキル基、あるいは置換または未置換のアラルキル基、あるいは置換または未置換のアラルキル基、あるいは置換または未置換のアラルキル基、あるいは置換または未置換のアラルキル基、あるいは置換または未置換のアラルキル基、あるいは置換または未置換のアラルキル基、あるいは置換または未置換のアラルキル基、あるいは置換または未置換のアラルキル基、あるいは置換または未置換のアラルキル基、あるいは置換または未置換のアラルキル基、あるいは置換または未置換のアミノ基を表す。)

【0008】**②**一般式(1)で表される化合物を含有する層が、さらに、発光性有機金属錯体を含有することを 30特徴とする前記**②**に記載の有機電界発光素子、

③一般式(1)で表される化合物を含有する層が、さらに、トリアリールアミン誘導体を含有することを特徴とする前記のに記載の有機電界発光素子、

④一般式(1)で表される化合物を含有する層が、発光層である前記
②に記載の有機電界発光素子、

⑤一般式(1)で表される化合物を含有する層が、正孔 注入輸送層である前記Φに記載の有機電界発光素子、

⑥一対の電極間に、さらに、正孔注入輸送層を有する前記記②~②に記載の有機電界発光素子、

⑦一対の電極間に、さらに、電子注入輸送層を有する前記記○○⑥に記載の有機電界発光素子、

⑧下記一般式(1)で表されるチオフェン化合物、

[0009]

【化4】

(式中、R1~R3はそれぞれ独立に、水素原子、直鎖、 分岐または環状のアルキル基、置換または未置換のアリ ール基、あるいは置換または未置換のアラルキル基を表 し、AriおよびAr2は置換または未置換のアリール基 を表し、さらに、AriとAr2は結合している窒素原子 と共に含窒素複素環を形成してもよい、を表し、Ziお よびZ2は水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または 環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ 基、置換または未置換のアリール基、置換または未置換 のアラルキル基、あるいは置換または未置換のアミノ基 を表す。)に関するものである。

[0010]

【発明の実施の形態】以下、本発明に関して、詳細に説明する。本発明の有機電界発光素子は、一対の電極間に、一般式(1)で表される化合物を少なくとも一種含有する層を少なくとも一層挟持してなるものである。

[0011]

【化5】

$$\begin{array}{c}
Z_1 \\
Z_2 \\
Z_3
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
Z_2 \\
Ar_2 \\
Ar_1
\end{array}$$
(1)

(式中、R1~R3はそれぞれ独立に、水素原子、直鎖、 分岐または環状のアルキル基、置換または未置換のアリ ール基、あるいは置換または未置換のアラルキル基を表 し、Ar1およびAr2は置換または未置換のアリール基 を表し、さらに、Ar1とAr2は結合している窒素原子 と共に含窒素複素環を形成してもよい、を表し、Z1お よびZ2は水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または 環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ 基、置換または未置換のアリール基、置換または未置換 40 のアラルキル基、あるいは置換または未置換のアミノ基 を表す。)

【0012】一般式(1)で表される化合物において、R1~R3はそれぞれ独立に、水素原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、置換または未置換のアリール基、あるいは置換または未置換のアラルキル基を表す。尚、本発明において、アリール基とは、例えば、フェニル基、ナフチル基、アントリル基などの炭素環式芳香族基、例えば、フリル基、チエニル基、ピリジル基などの複素環式芳香族基を表す。また、一般式(1)で表される化合物において、R1~R3のアリール基およびアラ

ルキル基は置換基を有していてもよく、ハロゲン原子、 炭素数 1~16の直鎖、分岐または環状のアルキル基、 炭素数 1~16の直鎖、分岐または環状のアルコキシ 基、炭素数 3~25のアリール基、炭素数5~16のア ラルキル基などの置換基で単置換あるいは多置換されて いてもよい。

【0013】R1~R3は、好ましくは、水素原子、炭素数1~16の直鎖、分岐または環状のアルキル基、炭素数6~25の置換または未置換の炭素環式芳香族基、炭素数3~25の置換または未置換の複素環式芳香族基、炭素数1~16の置換または未置換のアラルキル基であり、より好ましくは、水素原子、炭素数1~10の直鎖、分岐または環状のアルキル基、炭素数4~12の置換または未置換の炭素環式芳香族基、炭素数4~12の置換または未置換の複素環式芳香族基、あるいは炭素数7~12の置換または未置換のアラルキル基であり、さらに好ましくは、水素原子、炭素数1~8の直鎖、分岐または環状のアルキル基、炭素数1~8の直換または未置換の炭素環式芳香族基、炭素数4~10の置換または未置換の炭素環式芳香族基、炭素数4~10の置換または未置換の複素環式芳香族基である。

【 0 0 1 4 】 R1~R3の具体例としては、水素原子、メ チル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、 n-ブチル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、nーペンチル基、イソペンチル基、ネオペン チル基、tert-ペンチル基、シクロペンチル基、n-ヘ キシル基、1-メチルペンチル基、4-メチル-2-ペ ンチル基、3、3ージメチルブチル基、2-エチルブチ ル基、シクロヘキシル基、n-ヘプチル基、1-メチル ヘキシル基、シクロヘキシルメチル基、4-tertーブチ ルシクロヘキシル基、n-ヘプチル基、シクロヘプチル 基、n-オクチル基、シクロオクチル基、tert-オクチ ル基、1-メチルヘプチル基、2-エチルヘキシル基、 2-プロピルペンチル基、n-ノニル基、2,2-ジメ チルヘプチル基、2,6-ジメチル-4-ヘプチル基、 3,5,5-トリメチルヘキシル基、n-デシル基、n -ウンデシル基、1-メチルデシル基、n-ドデシル 基、n-トリデシル基、1-ヘキシルヘプチル基、n-テトラデシル基、n-ペンタデシル基、n-ヘキサデシ ル基、n-ヘプタデシル基、n-オクタデシル基、n-エイコシル基などの直鎖、分岐または環状のアルキル 基、

ェニル基、4-イソペンチルフェニル基、4-ネオペン チルフェニル基、4-tert-ペンチルフェニル基、4 $n-\Delta$ キシルフェニル基、 $4-(2'-x+\mu)$ フェニル基、4-n-ヘプチルフェニル基、4-n-オ クチルフェニル基、4-(2'-エチルヘキシル)フェ ニル基、4-n-ノニルフェニル基、4-n-デシルフ ェニル基、4-n-ウンデシルフェニル基、4-n-ド デシルフェニル基、4-n-テトラデシルフェニル基、 4-シクロヘキシルフェニル基、4-(4'-メチルシ 10 クロヘキシル)フェニル基、4-(4'-tert-ブチル シクロヘキシル)フェニル基、3-シクロヘキシルフェ ニル基、2-シクロヘキシルフェニル基、2,3-ジメ チルフェニル基、2,4-ジメチルフェニル基、2,5 -ジメチルフェニル基、2,6-ジメチルフェニル基、 3,4-ジメチルフェニル基、3,5-ジメチルフェニ ル基、3,4,5-トリメチルフェニル基、2,3, 5,6-テトラメチルフェニル基、2,4-ジエチルフ ェニル基、2,6-ジエチルフェニル基、2,5-ジイ ソプロピルフェニル基、2,6-ジイソプロピルフェニ 20 ル基、2,6-ジイソブチルフェニル基、2,4-ジー tert-ブチルフェニル基、2,5-ジ-tert-ブチルフ ェニル基、4 , 6 - i - ニル基、5-tert-ブチル-2-メチルフェニル基、4 ーtertーブチルー2,6ージメチルフェニル基。

6

【0016】4-メトキシフェニル基、3-メトキシフ ェニル基、2-メトキシフェニル基、4-エトキシフェ ニル基、3-エトキシフェニル基、2-エトキシフェニ ル基、4-n-プロピルオキシフェニル基、3-n-プ ロピルオキシフェニル基、4-イソプロピルオキシフェ ニル基、2-イソプロピルオキシフェニル基、4-n-ブチルオキシフェニル基、4-イソブチルオキシフェニ ル基、2-sec-ブチルオキシフェニル基、4-n-ペ ンチルオキシフェニル基、4-イソペンチルオキシフェ ニル基、2-イソペンチルオキシフェニル基、4-ネオ ペンチルオキシフェニル基、2-ネオペンチルオキシフ ェニル基、4-n-ヘキシルオキシフェニル基、4-(2'-エチルブチル)オキシフェニル基、4-n-へ プチルオキシフェニル基、4-n-オクチルオキシフェ ニル基、4-n-ノニルオキシフェニル基、4-n-デ 40 シルオキシフェニル基、4-n-ウンデシルオキシフェ ニル基、4-n-ドデシルオキシフェニル基、4-n-テトラデシルオキシフェニル基、4-シクロヘキシルオ キシフェニル基、2-シクロヘキシルオキシフェニル 基、2,3-ジメトキシフェニル基、2,4-ジメトキ シフェニル基、2,5-ジメトキシフェニル基、3,4 -ジメトキシフェニル基、3,5-ジメトキシフェニル 基、3,5-ジエトキシフェニル基、2-メトキシ-4 ーメチルフェニル基、2-メトキシ-5-メチルフェニ ル基、2-メチル-4-メトキシフェニル基、3-メチ

シフェニル基、4-フェニルフェニル基、3-フェニルフェニル基、2-フェニルフェニル基、4-(4'-メチルフェニル)フェニル基、4-(3'-メチルフェニル)フェニル基、4-(4'-エチルフェニル)フェニル基、4-(4'-イソプロピルフェニル)フェニル基、4-(4'-nーペキシルフェニル)フェニル基、4-(4'-nーオクチルフェニル)フェニル基、4-(4'-メトキシフェニル)フェニル基、4-(4'-メトキシフェニル)フェニル基、2-(2'-メトキシフェニル)フェニル基、4-(4'-クロロフェニル)フェニル基、3-メトキシー4-フェニルフェニル基、3-メトキシー4-フェニルフェニル基、3-メトキシー4-フェニルフェニル基、3-メトキシー4-フェニルフェニル基、3-メトキシー4-フェニルフェニル基、

【0017】4-フルオロフェニル基、3-フルオロフ ェニル基、2-フルオロフェニル基、4-クロロフェニ ル基、3-クロロフェニル基、2-クロロフェニル基、 4-ブロモフェニル基、2-ブロモフェニル基、4-ト リフルオロメチルフェニル基、2,3-ジフルオロフェ ニル基、2,4-ジフルオロフェニル基、2,5-ジフ ルオロフェニル基、2,6-ジフルオロフェニル基、 3,4-ジフルオロフェニル基、3,5-ジフルオロフ ェニル基、2,3-ジクロロフェニル基、2,4-ジク ロロフェニル基、2,5-ジクロロフェニル基、3,4 ジクロロフェニル基、3、5-ジクロロフェニル基、 2, 5-ジブロモフェニル基、2, 4, 6-トリクロロ フェニル基、2-フルオロ-4-メチルフェニル基、2 -フルオロ-5-メチルフェニル基、3-フルオロ-2 -メチルフェニル基、3-フルオロ-4-メチルフェニ ル基、2-メチル-4-フルオロフェニル基、2-メチ ルー5ーフルオロフェニル基、3ーメチルー4ーフルオ ロフェニル基、2-クロロ-4-メチルフェニル基、2 -クロロ-5-メチルフェニル基、2-クロロ-6-メ チルフェニル基、3-クロロ-4-メチルフェニル基、 2-メチル-3-クロロフェニル基、2-メチル-4-クロロフェニル基、3ーメチルー4ークロロフェニル 基、2-クロロー4,6-ジメチルフェニル基、2-メ トキシー4-フルオロフェニル基、3-メトキシー4-フルオロフェニル基、2-フルオロ-4-メトキシフェ ニル基、2-フルオロー4-エトキシフェニル基、2-フルオロー6-メトキシフェニル基、3-フルオロー4 -メトキシフェニル基、3-フルオロ-4-エトキシフ ェニル基、2-クロロー4-メトキシフェニル基、3-クロロー4ーメトキシフェニル基、2ーメトキシー5ー クロロフェニル基、3-メトキシ-4-クロロフェニル 基、3-メトキシー6-クロロフェニル基、5-クロロ -2, 4-ジメトキシフェニル基、

ージメチルー2ーナフチル基、2ーメトキシー1ーナフ チル基、4-メトキシ-1-ナフチル基、4-n-ブチ ルオキシー1ーナフチル基、5-エトキシー1ーナフチ ル基、6-メトキシ-2-ナフチル基、6-エトキシ-2-ナフチル基、6-n-ブチルオキシ-2-ナフチル 基、6-n-ヘキシルオキシ-2-ナフチル基、7-メ トキシー2ーナフチル基、7-n-ブチルオキシー2-ナフチル基、6-フルオロ-2-ナフチル基、6-クロ ロー2ーナフチル基、2,4-ジクロロー1ーナフチル 基、1,6-ジクロロ-2-ナフチル基、1,2,3, 4-テトラヒドロ-5-ナフチル基、1,2,3,4-テトラヒドロー6ーナフチル基、5ーインダニル基、1 -アントリル基、2-アントリル基、9-アントリル 基、10-フルオロー9-アントリル基、9,10-ジ フオロー1-アントリル基、10-メチル-9-アント リル基、9,10-ジメチル-2-アントリル基、10 -エトキシー9-アントリル基、10-フェニルー9-アントリル基、2-フルオレニル基、3-フルオレニル 基、7-メチル-2-フルオレニル基、9-メチル-2 20 ーフルオレニル基、9ーエチルー2ーフルオレニル基、 9,9-ジメチル-2-フルオレニル基、9,9-ジエ チルー2-フルオレニル基、9-フェニルー2-フルオ レニル基、9,9ージフェニルー2ーフルオレニル基、 9-メチル-9-フェニル-2-フルオレニル基、9-エチルー9ーフェニルー2ーフルオレニル基などの置換 または未置換の炭素環式芳香族基。

8

【0019】4-キノリル基、3-キノリル基、4-メ チルー2-キノリル基、4-ピリジル基、3-ピリジル 基、2-ピリジル基、4-メチル-2-ピリジル基、5 ーメチルー2ーピリジル基、6ーメチルー2ーピリジル 基、6-フルオロ-3-ピリジル基、6-メトキシ-3 ーピリジル基、6-メトキシ-2-ピリジル基、3-フ リル基、2-フリル基、3-チエニル基、2-チエニル 基、4-メチル-3-チエニル基、5-メチル-2-チ エニル基、3-メチル-2-チエニル基、2-オキサゾ リル基、2-チアゾリル基、2-ベンゾオキサゾリル 基、2-ベンゾチアゾリル基、2-ベンゾイミダゾリル 基などの置換または未置換の複素環式芳香族基、ベンジ ル基、フェネチル基、α-メチルベンジル基、α, α-ジメチルベンジル基、1-ナフチルメチル基、2-ナフ チルメチル基、フルフリル基、2-メチルベンジル基、 3-メチルベンジル基、4-メチルベンジル基、4-エ チルベンジル基、4-イソプロピルベンジル基、4-te rt-ブチルベンジル基、4-n-ヘキシルベンジル基、 4-n-ノニルベンジル基、3,4-ジメチルベンジル 基、3-メトキシベンジル基、4-メトキシベンジル 基、4-エトキシベンジル基、4-n-ブチルオキシベ ンジル基、4-n-ヘキシルオキシベンジル基、4-n - ノニルオキシベンジル基、3-フルオロベンジル基、

ール基である。

クロロベンジル基などの置換または未置換のアラルキル 基などを挙げることができる。

【0020】一般式(1)で表される化合物において、 Ar1およびAr2は置換または未置換のアリール基を表 し、さらに、Ar1とAr2は結合している窒素原子と共 に含窒素複素環を形成してもよい、を表す。一般式 (1)で表される化合物において、Ar1およびAr 2は、好ましくは、未置換、もしくは、置換基として、 ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、あるいはア リール基で単置換または多置換されていてもよい総炭素 10 数4~25のアリール基であり、より好ましくは、未置 換、もしくは、置換基として、ハロゲン原子、炭素数1 ~10のアルキル基、炭素数1~10アルコキシ基、あ るいは炭素数5~10アリール基で単置換または多置換 されていてもよい総炭素数6~25の炭素環式芳香族 基、または総炭素数4~25の複素環式芳香族基であ り、さらに好ましくは、未置換、もしくは、置換基とし て、ハロゲン原子、炭素数1~4のアルキル基、炭素数 1~4アルコキシ基、あるいは炭素数6~10アリール 基で単置換または多置換されていてもよい総炭素数6~ 20の炭素環式芳香族基である。

【0021】Ar1およびAr2の具体例としては、例えば、R1~R3の具体例として挙げた置換または未置換の炭素環式芳香族基および置換または未置換の複素環式芳香族基を挙げることができる。

【0022】一般式(1)で表される化合物において、 さらに、Ar1およびAr2は結合している窒素原子と共 に含窒素複素環を形成してもよく、好ましくは、-NA r1Ar2は、置換または未置換のN-カルバゾリル基、 置換または未置換のN-ベンゾ[a]カルバゾリル基、置 換または未置換のN-ベンゾ[b]カルバゾリル基、置換 または未置換のN-ベンゾ[c]カルバゾリル基、置換ま たは未置換のN-ジベンゾ[a,i]カルバゾリル基、置換 または未置換のN-ジベンゾ[b,h]カルバゾリル基、置 換または未置換のN-ジベンゾ[c,g]カルバゾリル基、 置換または未置換のN-フェノキサジニイル基、置換ま たは未置換のN-フェノチアジニイル基、置換または未 置換のN-アクリダニル基、置換または未置換のN-ジ ベンゾ[b,f]アゼピニル基、置換または未置換の9,1 0-ジヒドロ-N-ジベンゾ[b,f]アゼピニル基、置換 または未置換のN-トリベンゾ[b,d,f]アゼピニル基で あり、より好ましくは、置換または未置換のNーカルバ ゾリル基、置換または未置換のN-ベンゾ[a]カルバゾ リル基、置換または未置換のN-ベンゾ[b]カルバゾリ ル基、置換または未置換のN-ベンゾ[c]カルバゾリル 基、置換または未置換のN-ジベンゾ[a, i]カルバゾリ ル基、置換または未置換のN - ジベンゾ[b,h]カルバゾ リル基、置換または未置換のN-ジベンゾ[c,g]カルバ ゾリル基、置換または未置換のN-フェノキサジニイル 基、置換または未置換のN-フェノチアジニイル基であ 50

り、さらに好ましくは、置換または未置換のN-カルバ ゾリル基、置換または未置換のN-フェノキサジニイル 基、置換または未置換のN-フェノチアジニイル基である。A r1 および A r2 が結合している窒素原子と共に含窒素複素環を形成している場合の- NA r1 A r2 の置換基としては、好ましくは、ハロゲン原子、炭素数  $1 \sim 1$  ののアルキル基、炭素数  $1 \sim 1$  ののアルキル基、炭素数  $1 \sim 4$  のアルキル基、炭素数  $1 \sim 4$  のアルコキシ基、あるいは炭素数  $6 \sim 1$  0 のアリ

10

【0023】AriおよびAr2が結合している窒素原子 と共に含窒素複素環を形成している場合の、-NAri Ar<sub>2</sub>の具体例としては、N-カルバゾリル基、2-メ チルーN-カルバゾリル基、3-メチル-N-カルバゾ リル基、4-メチル-N-カルバゾリル基、3-n-ブ チルーN-カルバゾリル基、3-n-ヘキシル-N-カ ルバゾリル基、3-n-オクチル-N-カルバゾリル 基、3,6-ジメチル-N-カルバゾリル基、1,4-ジメチルーN-カルバゾリル基、3,6-ジエチルーN カルバゾリル基、2ーメトキシーNーカルバゾリル 基、3-メトキシ-N-カルバゾリル基、3-エトキシ -N-カルバゾリル基、3-イソプロピルオキシ-N-カルバゾリル基、3-n-ブチルオキシ-N-カルバゾ リル基、3-n-ヘキシルオキシ-N-カルバゾリル 基、3-n-オクチルオキシ-N-カルバゾリル基、3 -n-デシルオキシカルバゾリル基、3-フェニル-N -カルバゾリル基、3-(4'-メチルフェニル)-N ーカルバゾリル基、3-(4'-tert-ブチルフェニ 30 ル)-N-カルバゾリル基、3,6-ジフェニル-N-カルバゾリル基、3-クロロ-N-カルバゾリル基、N -ベンゾ[a]カルバゾリル基、N-ベンゾ[b]カルバゾリ ル基、N-ベンゾ[c]カルバゾリル基、N-ジベンゾ[a, i]カルバゾリル基、N-ジベンゾ[b,h]カルバゾリル 基、N-ジベンゾ[c,g]カルバゾリル基、N-フェノキ サジニイル基、2-メチル-N-フェノキサジニイル 基、2-クロロ-N-フェノキサジニイル基、2-フル オローN-フェノキサジニイル基、2-トリフルオロメ チルーN-フェノキサジニイル基、N-フェノチアジニ イル基、2-メチル-N-フェノチアジニイル基、2-クロロ-N-フェノチアジニイル基、2-フルオロ-N フェノチアジニイル基、2ートリフルオロメチルーN ーフェノチアジニイル基、N-アクリダニル基、N-ジ ベンゾ[b,f]アゼピニル基、2-メチル-N-ジベンゾ [b,f]アゼピニル基、3-メチル-N-ジベンゾ[b,f]ア ゼピニル基、4-メチル-N-ジベンゾ[b,f]アゼピニ ル基、2-トリフルオロメチル-N-ジベンゾ[b,f]ア ゼピニル基、3-トリフルオロメチル-N-ジベンゾ [b,f]アゼピニル基、3-n-ブチル-N-ジベンゾ[b, f]アゼピニル基、3-n-ヘキシル-N-ジベンゾ(b,

f]アゼピニル基、3-n-オクチル-N-ジベンゾ[b, f]アゼピニル基、3-n-デシル-N-ジベンゾ[b,f] アゼピニル基、3,6-ジメチル-N-ジベンゾ[b,f] アゼピニル基、2-メトキシ-N-ジベンゾ[b,f]アゼ ピニル基、3-メトキシ-N-ジベンゾ[b,f]アゼピニ ル基、3-エトキシ-N-ジベンゾ[b,f]アゼピニル 基、3-イソプロピルオキシ-N-ジベンゾ[b,f]アゼ ピニル基、3-n-ブチルオキシ-N-ジベンゾ[b,f] アゼピニル基、3-n-オクチルオキシ-N-ジベンゾ [b,f]アゼピニル基、3-n-デシルオキシ-N-ジベ ンゾ[b,f]アゼピニル基、3-フェニル-N-ジベンゾ [b,f]アゼピニル基、3-(4'-メチルフェニル)-N-ジベンゾ[b,f]アゼピニル基、2-クロロ-N-ジ ベンゾ[b,f]アゼピニル基、3-クロロ-N-ジベンゾ [b,f]アゼピニル基、10,11-ジヒドロ-N-ジベ ンゾ[b,f]アゼピニル基、2-メチル-10,11-ジ ヒドロ-N-ジベンゾ[b,f]アゼピニル基、3-メチル -10,11-ジヒドロ-N-ジベンゾ[b,f]アゼピニ ル基、4-メチル-10,11-ジヒドロ-N-ジベン ゾ[b,f]アゼピニル基、2-トリフルオロメチル-1 0,11-ジヒドロ-N-ジベンゾ[b,f]アゼピニル 基、3-トリフルオロメチル-10,11-ジヒドロー N-ジベンゾ[b,f]アゼピニル基、3-n-ブチル-1 0.11-ジヒドロ-N-ジベンゾ[b,f]アゼピニル 基、3-n-ヘキシル-10,11-ジヒドロ-N-ジ ベンゾ[b,f]アゼピニル基、3-n-オクチル-10, 11-ジヒドロ-N-ジベンゾ[b,f]アゼピニル基、3 -n-デシル-10, 11-ジヒドロ-N-ジベンゾ [b,f]アゼピニル基、3,6-ジメチル-10,11-ジヒドロ-N-ジベンゾ[b,f]アゼピニル基、2-メト キシー10, 11-ジヒドロ-N-ジベンゾ[b,f]アゼ ピニル基、3-メトキシ-10,11-ジヒドロ-N-ジベンゾ[b,f]アゼピニル基、3-エトキシ-10,1 1-ジヒドロ-N-ジベンゾ[b,f]アゼピニル基、3-イソプロピルオキシー10,11-ジヒドローN-ジベ ンゾ[b,f]アゼピニル基、3-n-ブチルオキシ-1 0, 11-ジヒドロ-N-ジベンゾ[b,f]アゼピニル 基、3-n-オクチルオキシ-10,11-ジヒドロー N-ジベンゾ[b,f]アゼピニル基、3-n-デシルオキ シー10, 11-ジヒドロ-N-ジベンゾ[b,f]アゼピ ニル基、3-フェニル-10,11-ジヒドロ-N-ジ ベンゾ[b,f]アゼピニル基、3-(4'-メチルフェニ  $(\mu)$  - 10, 11 - ジヒドローN - ジベンゾ[b,f]アゼ ピニル基、2-クロロ-10,11-ジヒドロ-N-ジ ベンゾ[b,f]アゼピニル基、3-クロロ-10,11-ジヒドロ-N-ジベンゾ[b,f]アゼピニル基、などを挙 げることができる。

【0024】一般式(1)で表される化合物において、 ルオキシ基、n-へプチルオキシ基、n-オクチルオキ  $Z_1$ および $Z_2$ は水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐ま シ基、2-エチルヘキシルオキシ基、n-プニルオキシ たは環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコ 50 基、n-デシルオキシ基、n-ウンデシルオキシ基、n-

キシ基、置換または未置換のアリール基、置換または未 置換のアラルキル基、あるいは置換または未置換のアミ ノ基を表す。また、一般式(1)で表される化合物にお いて、Z1およびZ2のアリール基およびアラルキル基は 置換基を有していてもよく、ハロゲン原子、炭素数1~ 16の直鎖、分岐または環状のアルキル基、炭素数1~ 16の直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、炭素数3 ~25のアリール基、炭素数5~16のアラルキル基、 炭素数1~20のN-モノ置換アミノ基、炭素数2~4 10 0のN, N-ジ置換アミノ基などの置換基で単置換ある いは多置換されていてもよい。また、一般式(1)で表 される化合物において、Z1およびZ2のアミノ基は、置 換基を有していてもよく、炭素数1~20のアルキル 基、炭素数3~20のアリール基、あるいは、炭素数4 ~20のアラルキル基などの置換基で単置換あるいはジ 置換されていてもよい。

12

【0025】Z1およびZ2は、好ましくは、水素原子、 ハロゲン原子、炭素数1~16の直鎖、分岐または環状 のアルキル基、炭素数1~16の直鎖、分岐または環状 20 のアルコキシ基、炭素数6~25の置換または未置換の 炭素環式芳香族基、炭素数3~25の置換または未置換 の複素環式芳香族基、炭素数5~16の置換または未置 換のアラルキル基、未置換のアミノ基、あるいは炭素数 1~24の置換アミノ基であり、より好ましくは、水素 原子、ハロゲン原子、炭素数1~10の直鎖、分岐また は環状のアルキル基、炭素数1~10の直鎖、分岐また は環状のアルコキシ基、炭素数6~12の置換または未 置換の炭素環式芳香族基、炭素数4~12の置換または 未置換の複素環式芳香族基、炭素数7~12の置換また 30 は未置換のアラルキル基、あるいは炭素数1~20の置 換アミノ基であり、さらに好ましくは、水素原子、ハロ ゲン原子、炭素数1~8の直鎖、分岐または環状のアル キル基、炭素数1~8の直鎖、分岐または環状のアルコ キシ基、炭素数6~10の置換または未置換の炭素環式 芳香族基、炭素数4~10の置換または未置換の複素環 式芳香族基、炭素数7~10の置換または未置換のアラ ルキル基、あるいは炭素数1~20の置換アミノ基であ

【0026】Z1およびZ2の基の具体例としては、水素原子、フッ素原子、塩素原子、臭素原子などのハロゲン原子、例えば、R1~R3の具体例として挙げた直鎖、分岐または環状のアルキル基、メトキシ基、エトキシ基、nープロポキシ基、イソプロポキシ基、nーブトキシ基、イソブトキシ基、secーブトキシ基、nーペンチルオキシ基、ネオペンチルオキシ基、シクロペンチルオキシ基、nーヘキシルオキシ基、3,3ージメチルブチルオキシ基、1ーペプチルオキシ基、nーオクチルオキシ基、nーペプチルオキシ基、nーノニルオキシ基、nーデシルオキシ基、nーウンデシルオキシ基。n

ードデシルオキシ基、nートリデシルオキシ基、nーテトラデシルオキシ基、nーペンタデシルオキシ基、nーペナサデシルオキシ基、nーオクタデシルオキシ基、nーオクタデシルオキシ基などの直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、

【0027】例えば、R1~R3の具体例として挙げた 置換または未置換の炭素環式芳香族基および置換または 未置換の複素環式芳香族基、置換または未置換のアラル キル基、アミノ基、N-メチルアミノ基、N-エチルア ミノ基、N-n-ブチルアミノ基、N-シクロヘキシル 10 アミノ基、N-n-オクチルアミノ基、N-n-デシル アミノ基、N-ベンジルアミノ基、N-フェニルアミノ 基、N-(3-メチルフェニル)アミノ基、N-(4-メチルフェニル) アミノ基、N-(4-n-ブチルフェ ニル) アミノ基、N-(4-メトキシフェニル) アミノ 基、N-(3-フルオロフェニル) アミノ基、N-(4 -クロロフェニル) アミノ基、N-(1-ナフチル) ア ミノ基、N-(2-ナフチル)アミノ基、N,N-ジメ チルアミノ基、N, N-ジエチルアミノ基、N, N-ジ -n-ブチルアミノ基、N, N-ジ-n-ヘキシルアミ ノ基、N, N-ジ-n-オクチルアミノ基、N, N-ジ -n-デシルアミノ基、N, N-ジ-n-ドデシルアミ ノ基、N-メチル-N-エチルアミノ基、N-エチルー N-n-ブチルアミノ基、N-メチル-N-フェニルア ミノ基、N-n-ブチル-N-フェニルアミノ基、N, N-ジフェニルアミノ基、N、N-ジ(3メチルフェニ ル) アミノ基、N, N-ジ(4-メチルフェニル) アミ ノ基、N, N-ジ(4-エチルフェニル)アミノ基、 N, N-ジ(4-tert-ブチルフェニル) アミノ基、N, N-ジ(4-n-ヘキシルフェニル)アミノ基、 N, N-ジ(4-メトキシフェニル) アミノ基、N, N ージ (4-エトキシフェニル) アミノ基、N, N-ジ

(4-n-)ボルオキシフェニル)アミノ基、N,N-ジ(4-n-ヘキシルオキシフェニル)アミノ基、N,N-ジ(2-ナフチル)アミノ基、N,N-ジ(2-ナフチル)アミノ基、N-フェニルーN-(3-メチルフェニル)アミノ基、N-フェニルーN-(4-メチルフェニル)アミノ基、N-フェニルーN-(4-メトキシフェニル)アミノ基、N-フェニルーN-(4-エトキシフェニル)アミノ基、N-フェニルーN-(4-エトキシフェニル)アミノ基、N-フェニルーN-(4-nーへキシルオキシフェニル)アミノ基、N-フェニルーN-(4-フルオロフェニル)アミノ基、N-フェニルーN-(1-ナフチル)アミノ基、N-フェニルーN-(2-ナフチル)アミノ基、N-フェニルーN-(2-ナフチル)アミノ基、N-フェニルーN-(2-ナフチル)アミノ基、N-フェニルーN-(2-ナフェニル)アミノ基などの置換または未置換の

1 4

【0028】本発明の有機電界発光素子においては、一般式(1)で表される化合物を少なくとも一種使用することが特徴であり、例えば、一般式(1)で表される化合物を発光成分として発光層に用いると、従来にはない、高輝度で耐久性に優れた青色~青緑色に発光する有機電界発光素子を提供することが可能となる。

アミノ基などを挙げることができる。

【0029】また、他の発光成分と組み合わせて発光層を形成すると、高輝度で耐久性に優れた白色に発光する 有機電界発光素子も提供することが可能となる。

【0030】本発明に係る一般式(1)で表される化合物の具体例として、以下のA-1~A-21、B-1~B-18、C-1~C-18、D-1~D-18、E-1~E-24、F1~F24、G1~G21、H1~H18およびI-1~I-24の化合物を挙げることがで30 きるが、本発明はこれらに限定されるものではない。

[0031]

【化6】

15 A-1

A-2

A-3

【0032】 【化7】 A-4

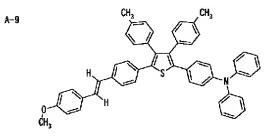
A-7

A-8

A-5

10

20



[0033]

【化8】

[0034] 【化9】 30

20

【0035】 【化10】

【0037】 【化12】

A-17

20

10

### A-21

## 【0038】 【化13】

20

B-4

B-5

B-2

H S CH<sub>3</sub>

B-3

H
CH<sub>3</sub>

【0039】 【化14】 【0040】 30 【化15】

$$B-7$$
 $n-C_3H_7$ 
 $n-C_3H_7$ 
 $n-C_3H_7$ 

$$\begin{array}{c} 28 \\ \\ C_2H_6 \end{array}$$

B-9

20

[0041]

【化16】

【0042】 【化17】 30

B-14

10 8-17

B-15

20

B-18

【0043】 【化18】

【0044】 【化19】 30

20

C-5

C-4

$$C_2H_5$$

$$\begin{array}{c} C-6 \\ C_2H_5 \\ \end{array}$$

【0045】 【化20】

【0046】 【化21】 30

20

$$\begin{array}{c} 3 & 4 \\ \\ C_2H_5 \\ \end{array}$$

$$\begin{array}{c} C-8 \\ \\ CH_3 \\ \\ t-C_4H_5 \end{array} \\ H$$

【0047】 【化22】 【0048】 30 【化23】

20

【0049】 【化24】 【0050】 30 【化25】 D-1

D-4

$$C_2H_5$$

9-2

10

20

D-5

D-3

D-6

【0051】 【化26】

【0052】 【化27】 30

$$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_3 \\ \text{CH}_3 \end{array}$$

【0053】 【化28】 【0054】 30 【化29】

20

20

【0055】 【化30】 【0056】 30 【化31】

20

E-4

E-2

E-5

E-3

E-6

$$C_2H_5$$

【0057】 【化32】 【0058】 30 【化33】

$$\begin{array}{c} 4\ 5\\ \text{E-7} \end{array}$$
 
$$\text{n-C}_3\text{H}_7$$

【0059】 【化34】

20

【0060】 【化35】 【0061】 30 【化36】

20

E-17

E-18

【0062】 【化37】 【0063】 30【化38】

20

F-2

【0064】 【化39】 【0065】 30 【化40】

$$\begin{array}{c} & & 5.4 \\ & & \\ \text{CH}_3 & & \\ & & \\ \text{n-C}_3\text{H}_7 & & \\ & & \\ \end{array}$$

F-5

10

$$\begin{array}{c} \text{F-8} \\ \text{t-C}_{4}\text{Hg} \\ \text{CH}_{3} \\ \text{CH}_{4} \\ \text{CH}_{5} \\ \text{CH}_{5$$

F-6

F.-

20

【0066】 【化41】

30 【0067】 【化42】

20

$$F-10$$
  $CH_3$   $CH_3$   $CCH_3$   $CCH_3$   $CCH_3$   $CCH_3$   $CCH_4$   $CCH_5$   $CCH_5$ 

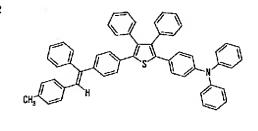
$$\begin{array}{c} \text{F-13} \\ \text{CH}_3 \\ \text{CH}_3 \\ \text{N-C}_4 \text{H}_9^4 \\ \end{array}$$

$$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \text{i-C}_3\text{H}_3^{\dagger} \\ \end{array}$$

【0068】 【化43】 30 【0069】 【化44】

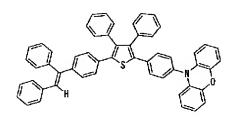
30

【0070】 【化45】



F-24

20



【0072】 【化47】

[0073] 【化48】 30

G-4

G-7

G-5

10

G-9

20

【0074】 【化49】

【0075】 【化50】 30

【0076】 【化51】 【0077】 30 【化52】

G-19

G-17

G-20

G-18

G-21

20

【0078】 【化53】

30 【0079】 【化54】

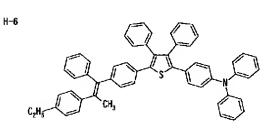
H-5

## H-2

## 10

### H-3

## 20



# [0800]

【化55】

# 【0081】 30 【化56】

H-8

10

20

[0082]

【化57】

【0083】 【化58】 30

【0084】 【化59】 【0085】 30【化60】

20

1-1

I**−4** 

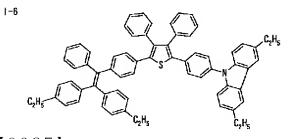
1-2

10

1-5

I-3

20



【0086】 【化61】 【0087】 30 【化62】

20

$$t-C_4H_5$$

$$\begin{array}{c} I-12 \\ \\ I-C_3H_2 \\ \end{array}$$

【0088】 【化63】 30 【0089】 【化64】

20

1-18 F

【0090】 【化65】 【0091】 30【化66】 79 I-19

1-20

I-21

【0092】 【化67】

【0093】本発明に係る一般式(1)で表される化合 30 物は、例えば、以下の方法により製造することができる。すなわち、例えば、一般式(2)で表される化合物と、一般式(3)で表される化合物を、銅化合物(例えば、金属銅、塩化銅)の存在下で反応(ウルマン反応)させることにより製造することができる。

[0094]

【化68】

$$\begin{array}{c}
Z_1 \\
Z_2 \\
R_2 \\
R_3
\end{array}$$
(2)

$$H = N \begin{pmatrix} Ar_z \\ Ar_1 \end{pmatrix}$$
 (3)

(式中、R1 $\sim$ R3、Ar1、Ar2、Z1およびZ2は前述の意味を表し、Xはハロゲン原子を表す)

【0095】一般式(2)において、Xはハロゲン原子を表し、好ましくは、塩素原子、臭素原子またはヨウ素原子を表し、より好ましくは、臭素原子またはヨウ素原子を表す。

【0096】また、一般式(2)で表される化合物は、例えば、下記一般式(4)で表わされるカルボニル化合物と下記一般式(5)で表されるホスフォン酸誘導体とを塩基の存在下で反応させることにより製造することができる。

10 [0097]

【化69】

$$\begin{array}{c}
Z_1 \\
Z_2 \\
Z_3
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
Z_2 \\
Z_4
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
Z_2 \\
Z_4
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
Z_4 \\
Z_4
\end{array}$$

$$\begin{array}{cccc}
R2 \\
CH \cdot P - (OR) \\
R3 & 0
\end{array}$$
(5)

(式中、R  $1\sim$ R 3、 $Z_1$ 、 $Z_2$ およびXは前述の意味を表し、Rは炭素数 $1\sim$ 4のアルキル基またはフェニル基を表す。)

【0098】一般式(4)で表わされる化合物は、例えば、下記一般式(6)で表わされる化合物と下記一般式(7)で表されるカルボン酸ハライドとを、例えば、塩化アルミニウムの存在下で反応させることにより製造することができる(例えば、J.Polym.Sci.Polym.Chem.Ed.,23,1787(1985)に記載の方法を参照)。

[0099]

【化70】

40

(式中、R1、 $Z_1$ 、 $Z_2$ およびXは前述の意味を表し、 $Y_1$ はハロゲン原子を表す。)

【 0 1 0 0 】 一般式 ( 7 ) において、Y1はハロゲン原子を表し、好ましくは、塩素原子、臭素原子を表す。 【 0 1 0 1 】 一般式 ( 5 ) で表されるホスフォン酸誘導体は、例えば、下記一般式 ( 8 ) で表される化合物を

体は、例えば、下記一般式(8)で表される化合物を、下記一般式(9)で表されるトリアルコキシホスフィンと反応させることにより製造することができる。

50 [0102]

【化71】

(式中、R2、R3およびRは前述の意味を表し、Y2は ハロゲン原子を表す。)

【0103】一般式(8)において、Y2はハロゲン原 子を表し、好ましくは、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原 10 子を表す。

【0104】本発明に係る一般式(1)で表される化合 物は、場合により使用した溶媒(例えば、トルエンなど の芳香族炭化水素系溶媒)との溶媒和を形成した形で製 造されることがあるが、本発明においては、本発明に係 る一般式(1)で表される化合物はこのような溶媒和物 を包含するものである。勿論、溶媒を含有しない無溶媒 和物をも包含するものである。

【0105】本発明の有機電界発光素子には、本発明に 係る一般式(1)で表される化合物の無溶媒和物は勿 論、このような溶媒和物をも使用することができる。

【0106】本発明に係る一般式(1)で表される化合 物を有機電界発光素子に使用する場合、再結晶法、カラ ムクロマトグラフィー法、昇華精製法などの精製方法、 あるいはこれらの方法を併用して、純度を高めた化合物 を使用することは好ましいことである。有機電界発光素 子は、通常、一対の電極間に、少なくとも一種の発光成 分を含有する発光層を、少なくとも一層挟持してなるも のである。発光層に使用する化合物の正孔注入および正 孔輸送、電子注入および電子輸送の各機能レベルを考慮 30 し、所望に応じて、正孔注入輸送成分を含有する正孔注 入輸送層および/または電子注入輸送成分を含有する電 子注入輸送層を設けることもできる。

【0107】例えば、発光層に使用する化合物の正孔注 入機能、正孔輸送機能および/または電子注入機能、電 子輸送機能が良好な場合には、発光層が正孔注入輸送層 および/または電子注入輸送層を兼ねた型の素子の構成 とすることができる。勿論、場合によっては、正孔注入 輸送層および電子注入輸送層の両方の層を設けない型の 素子(一層型素子)の構成とすることもできる。

【0108】また、正孔注入輸送層、電子注入輸送層お よび発光層のそれぞれの層は、一層構造であっても、ま た、多層構造であってもよく、正孔注入輸送層および電 子注入輸送層は、それぞれの層において、注入機能を有 する層と輸送機能を有する層を別々に設けて構成するこ ともできる。

【0109】本発明の有機電界発光素子において、本発 明に係る一般式(1)で表される化合物は、正孔注入輸 送成分、発光成分または電子注入輸送成分に用いること が好ましく、正孔注入輸送成分または発光成分に用いる 50 エチレンなどのシート)、半透明プラスチックシート、

ことがより好ましく、発光成分に用いることが特に好ま しい。本発明の有機電界発光素子においては、本発明に 係る一般式(1)で表される化合物は、単独で使用して もよく、あるいは複数併用してもよい。

84

【0110】本発明の有機電界発光素子の構成として は、特に限定するものではなく、例えば、(A)陽極/ 正孔注入輸送層/発光層/電子注入輸送層/陰極型素子 (図1)、(B)陽極/正孔注入輸送層/発光層/陰極 型素子(図2)、(C)陽極/発光層/電子注入輸送層 /陰極型素子(図3)、(D)陽極/発光層/陰極型素 子(図4)などを挙げることができる。さらには、発光 層を電子注入輸送層で挟み込んだ型の素子である(E) 陽極/正孔注入輸送層/電子注入輸送層/発光層/電子 注入輸送層/陰極型素子(図5)とすることもできる。

(D)型の素子構成としては、発光成分を一層形態で一 対の電極間に挟持させた型の素子を包含するものである が、さらには、例えば、(F)正孔注入輸送成分、発光 成分および電子注入輸送成分を混合させた一層形態で一 対の電極間に挟持させた型の素子(図6)、(G)正孔 注入輸送成分および発光成分を混合させた一層形態で一 対の電極間に挟持させた型の素子(図7)、(H)発光 成分および電子注入輸送成分を混合させた一層形態で一 対の電極間に挟持させた型の素子(図8)がある。

【0111】本発明の有機電界発光素子においては、こ れらの素子構成に限るものではなく、それぞれの型の素 子において、正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層 を複数層設けたりすることができる。また、それぞれの 型の素子において、正孔注入輸送層と発光層との間に、 正孔注入輸送成分と発光成分の混合層および/または発 光層と電子注入輸送層との間に、発光成分と電子注入輸 送成分の混合層を設けることもできる。

【0112】より好ましい有機電界発光素子の構成は、 (A)型素子、(B)型素子、(C)型素子、(E)型 素子、(F)型素子、(G)型素子または(H)型素子 であり、さらに好ましくは、(A)型素子、(B)型素 子、(C)型素子、(F)型素子、または(H)型素子 である。

【0113】本発明の有機電界発光素子について、図1 に示す(A)陽極/正孔注入輸送層/発光層/電子注入 輸送層/陰極型素子を代表例として説明する。

【0114】図1において、1は基板、2は陽極、3は 正孔注入輸送層、4は発光層、5は電子注入輸送層、6 は陰極、7は電源を示す。

【0115】本発明の電界発光素子は、基板1に支持さ れていることが好ましく、基板としては、特に限定する ものではないが、透明ないし半透明であることが好まし く、例えば、ガラス板、透明プラスチックシート(例え ば、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリスルフォ ン、ポリメチルメタクリレート、ポリプロピレン、ポリ 石英、透明セラミックスあるいはこれらを組み合わせた 複合シートからなるものを挙げることができる。さら に、基板に、例えば、カラーフィルター膜、色変換膜、 誘電体反射膜を組み合わせて、発光色をコントロールす ることもできる。

【0116】陽極2としては、比較的仕事関数の大きい 金属、合金または電気伝導性化合物を電極物質として使 用することが好ましい。

【0117】陽極に使用する電極物質としては、例え ム、バナジウム、タングステン、酸化錫、酸化亜鉛、I TO (インジウム・ティン・オキサイド)、ポリチオフ ェン、ポリピロールなどを挙げることができる。これら の電極物質は、単独で使用してもよく、あるいは複数併 用してもよい。

【0118】陽極は、これらの電極物質を用いて、例え ば、蒸着法、スパッタリング法などの方法により、基板 の上に形成することができる。また、陽極は一層構造で あってもよく、あるいは多層構造であってもよい。陽極 のシート電気抵抗は、好ましくは、数百Ω/□以下、よ 20 り好ましくは、5~50Ω/□程度に設定する。陽極の 厚みは、使用する電極物質の材料にもよるが、一般に、 5~1000nm程度、より好ましくは、10~500 nm程度に設定する。

【0119】正孔注入輸送層3は、陽極からの正孔(ホ ール)の注入を容易にする機能、および注入された正孔 を輸送する機能を有する化合物を含有する層である。正 孔注入輸送層は、本発明に係る一般式(1)で表される 化合物および/または他の正孔注入輸送機能を有する化 合物(例えば、フタロシアニン誘導体、トリアリールメ 30 タン誘導体、トリアリールアミン誘導体、オキサゾール 誘導体、ヒドラゾン誘導体、スチルベン誘導体、ピラゾ リン誘導体、ポリシラン誘導体、ポリフェニレンビニレ ンおよびその誘導体、ポリチオフェンおよびその誘導 体、ポリーN-ビニルカルバゾール誘導体など)を少な くとも一種用いて形成することができる。尚、正孔注入 輸送機能を有する化合物は、単独で使用してもよく、あ るいは複数併用してもよい。

【0120】本発明において用いる他の正孔注入輸送機 能を有する化合物としては、トリアリールアミン誘導 体、ポリチオフェンおよびその誘導体、ポリーNービニ ルカルバゾール誘導体が好ましい。

【0121】トリアリールアミン誘導体の例としては、 4, 4'-ビス[N-フェニル-N-(4"-メチルフ ェニル)アミノ〕ビフェニル、4,4'ービス〔N-フ ェニルーNー(3"ーメチルフェニル)アミノ〕ビフェ ニル、4,4'ービス[N-フェニル-N-(3"-メ トキシフェニル)アミノ〕ビフェニル、4,4'ービス [N-フェニル-N-(1"-ナフチル)アミノ]ビフ ェニル、3,3'ージメチルー4,4'ービス〔Nーフ 50 【0125】多環芳香族化合物の例としては、ルブレ

86 ェニルーNー(3"ーメチルフェニル)アミノ〕ビフェ ニル、1, 1-ビス〔4'-[N, N-ジ(4"-メチ ルフェニル)アミノ]フェニル]シクロヘキサン、9, 10-ビス [N-(4'-メチルフェニル)-N-(4" - n - ブチルフェニル)アミノ]フェナントレ ン、3、8-ビス(N, N-ジフェニルアミノ)-6-フェニルフェナントリジン、4-メチル-N, N-ビス [4", 4'''-ビス[N', N''-ジ(4-メチルフ ェニル)アミノ]ビフェニルー4ーイル]アニリン、 ば、金、白金、銀、銅、コバルト、ニッケル、パラジウ 10 N, N''ービス〔4ー(ジフェニルアミノ)フェニ ル〕-N, N'-ジフェニル-1, 3-ジアミノベンゼ ン、N, N'ービス〔4-(ジフェニルアミノ)フェニ ル〕-N, N'-ジフェニル-1, 4-ジアミノベンゼ ン、5,5"ービス〔4ー(ビス[4ーメチルフェニ ル] アミノ) フェニル] -2, 2':5', 2"-ター チオフェン、1,3,5-トリス(ジフェニルアミノ) ベンゼン、4,4',4"ートリス(N-カルバゾリイ ル)トリフェニルアミン、4, 4, 4"ートリス [N - (3'''-メチルフェニル)-N-フェニルアミノ〕 トリフェニルアミン、4, 4, 4" -トリス〔N, Nービス(4'''ーtertーブチルビフェニルー4""ーイ ル) アミノ〕トリフェニルアミン、1,3,5ートリス (N-(4'-ジフェニルアミノフェニル)-N-フェ ニルアミノ〕ベンゼンなどを挙げることができる。 【0122】本発明に係る一般式(1)で表される化合

物と他の正孔注入輸送機能を有する化合物を併用する場 合、正孔注入輸送層中に占める本発明に係る一般式 (1)で表される化合物の割合は、好ましくは、O.1 ~40重量%程度に調製する。 【0123】発光層4は、正孔および電子の注入機能、

それらの輸送機能、正孔と電子の再結合により励起子を 生成させる機能を有する化合物を含有する層である。 【0124】発光層は、本発明に係る一般式(1)で表 される化合物および/または他の発光機能を有する化合 物、例えばアクリドン誘導体、キナクリドン誘導体、ジ ケトピロロピロール誘導体、多環芳香族化合物、トリア リールアミン誘導体、有機金属錯体、スチルベン誘導 体、クマリン誘導体、ピラン誘導体、オキサゾン誘導 体、ベンゾチアゾール誘導体、ベンゾオキサゾール誘導 体、ベンゾイミダゾール誘導体、ピラジン誘導体、ケイ 皮酸エステル誘導体、ポリーNービニルカルバゾールお よびその誘導体、ポリチオフェンおよびその誘導体、ポ リフェニレンおよびその誘導体、ポリフルオレンおよび その誘導体、ポリフェニレンビニレンおよびその誘導 体、ポリビフェニレンビニレンおよびその誘導体、ポリ ターフェニレンビニレンおよびその誘導体、ポリナフチ レンビニレンおよびその誘導体、ポリチエニレンビニレ ンおよびその誘導体などを少なくとも一種用いて形成す ることができる。

ン、アントラセン、テトラセン、ピレン、ペリレン、ク リセン、デカシクレン、コロネン、テトラフェニルシク ロペンタジエン、ペンタフェニルシクロヘキサジエン、 9,10-ジフェニルアントラセン、9,10-ビス (フェニルエチニル)アントラセン、1,4-ビス (9'-エチニルアントラセニル)ベンゼン、4,4' ービス(9"ーエチニルアントラセニル)ビフェニルな どを挙げることができる。トリアリールアミン誘導体の 例としては、正孔注入輸送機能を有する化合物として前 述した化合物を挙げることができる。

【0126】有機金属錯体としては、トリス(8-キノ リラート)アルミニウム、ビス(10-ベンゾ[h]キノ リノラート) ベリリウム、2-(2'-ヒドロキシフェ ニル)ベンゾオキサゾールの亜鉛塩、2-(2)-ヒド ロキシフェニル)ベンゾチアゾールの亜鉛塩、4-ヒド ロキシアクリジンの亜鉛塩、3-ヒドロキシフラボンの 亜鉛塩、5-ヒドロキシフラボンのベリリウム塩、5-ヒドロキシフラボンのアルミニウム塩などを挙げること ができる。

【0127】スチルベン誘導体としては、1,1,4, 4-テトラフェニル-1, 3-ブタジエン、4, 4' -ビス(2,2-ジフェニルビニル)ビフェニル、4, 4'ービス〔(1,1,2ートリフェニル)エテニル〕 ビフェニルなどを挙げることができる。

【0128】クマリン誘導体としては、クマリン1、ク マリン6、クマリン7、クマリン30、クマリン10 6、クマリン138、クマリン151、クマリン15 2、クマリン153、クマリン307、クマリン31 1、クマリン314、クマリン334、クマリン33 8、クマリン343、クマリン500などを挙げること 30 ができる。

【0129】ピラン誘導体の好ましい例は、DCM1、 DCM 2などであり、オキサゾン誘導体の好ましい例 は、ナイルレッドなどである。

【0130】本発明の有機電界発光素子においては、発 光層に本発明に係る一般式(1)で表される化合物を含 有していることが好ましい。

【0131】本発明に係る一般式(1)で表される化合\*  $(Q)_3 - A1$ 

(式中、Qは置換または未置換の8-キノリノラート配※40※位子を表す)

 $(Q)_2 - A_1 - O - L$ 

(式中、Qは置換8-キノリノラート配位子を表し、O ーLはフェノラート配位子であり、Lはフェニル部分を★

 $(Q)_2 - A_1 - O - A_1 - (Q)_2$ 

(式中、Qは置換8-キノリノラート配位子を表す) 【0138】発光性有機金属錯体の具体例としては、例 えば、トリス(8-キノリノラート) アルミニウム、ト リス(4-メチル-8-キノリノラート)アルミニウ ム、トリス(5-メチル-8-キノリノラート)アルミ

\* 物と他の発光機能を有する化合物を併用する場合、発光 層中に占める本発明に係る一般式(1)で表される化合 物の割合は、好ましくは、0.001~99.999重 量%程度、より好ましくは、0.01~99.99重量 %程度、さらに好ましくは、0.1~99.9重量%程 度に調製する。

88

【0132】本発明において用いる他の発光機能を有す る化合物としては、発光性有機金属錯体が好ましい。例 えば、J.Appl.Phys.,65,3610(1989)、特開平5-214 10 332号公報に記載のように、発光層をホスト化合物と ゲスト化合物 (ドーパント) とより構成することもでき

【0133】本発明に係る一般式(1)で表される化合 物を、ホスト化合物として用いて発光層を形成すること ができ、さらには、ゲスト化合物として用いて発光層を 形成することもできる。

【0134】本発明に係る一般式(1)で表される化合 物を、ゲスト化合物として用いて発光層を形成する場 合、ホスト化合物としては、例えば、前記の他の発光機 能を有する化合物を挙げることができ、例えば、発光性 有機金属錯体または前記のトリアリールアミン誘導体は より好ましい。

【0135】この場合、発光性有機金属錯体またはトリ アリールアミン誘導体に対して、本発明に係る一般式 (1)で表される化合物を、好ましくは、0.001~ 40重量%程度、より好ましくは、0.01~30重量 %程度、特に好ましくは、0.1~20重量%程度使用 する。

【0136】本発明に係る一般式(1)で表される化合 物と併用する発光性有機金属錯体としては、特に限定す るものではないが、発光性有機アルミニウム錯体が好ま しく、置換または未置換の8-キノリノラート配位子を 有する発光性有機アルミニウム錯体がより好ましい。好 ましい発光性有機金属錯体としては、例えば、一般式 (a) ~一般式(c)で表される発光性有機アルミニウ ム錯体を挙げることができる。

[0137]

(a)

(b)

★含む炭素数6~24の炭化水素基を表す)

(c)

☆ト) アルミニウム、トリス(4,5-ジメチル-8-キ ノリノラート)アルミニウム、トリス(4,6-ジメチ ルー8-キノリノラート) アルミニウム、ビス(2-メ チルー8ーキノリノラート)(フェノラート)アルミニ ウム、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(2-**ニウム、トリス(3,4-ジメチル-8-キノリノラー☆50 メチルフェノラート)アルミニウム、ビス(2-メチル** 

-8-キノリノラート)(3-メチルフェノラート)ア ルミニウム、ビス(2-メチル-8-キノリノラート) (4-メチルフェノラート)アルミニウム、ビス(2-メチルー8ーキノリノラート)(2ーフェニルフェノラ ート)アルミニウム、ビス(2-メチル-8-キノリノ ラート)(3-フェニルフェノラート)アルミニウム、 ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(4-フェニ ルフェノラート) アルミニウム、ビス(2-メチル-8 ーキノリノラート)(2,3-ジメチルフェノラート) アルミニウム、ビス(2-メチル-8-キノリノラー ト)(2,6-ジメチルフェノラート)アルミニウム、 ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(3,4-ジ メチルフェノラート) アルミニウム、ビス(2-メチル -8-キノリノラート)(3,5-ジメチルフェノラー ト)アルミニウム、ビス(2-メチル-8-キノリノラ ート) (3,5-ジーtert-ブチルフェノラート) アル ミニウム、ビス(2-メチル-8-キノリノラート) (2,6-ジフェニルフェノラート)アルミニウム、ビ ス(2-メチル-8-キノリノラート)(2,4,6-トリフェニルフェノラート)アルミニウム、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(2,4,6-トリメチ ルフェノラート) アルミニウム、ビス(2-メチル-8 ーキノリノラート)(2,4,5,6ーテトラメチルフ ェノラート) アルミニウム、ビス(2-メチル-8-キ ノリノラート)(1-ナフトラート)アルミニウム、ビ ス(2-メチル-8-キノリノラート)(2-ナフトラ ート)アルミニウム、ビス(2,4-ジメチルー8-キ ノリノラート) (2-フェニルフェノラート) アルミニ ウム、ビス(2,4-ジメチル-8-キノリノラート) (3-フェニルフェノラート)アルミニウム、ビス  $(2, 4-i) \times (4-i) = (4-i) \times ($ ニルフェノラート)アルミニウム、ビス(2,4-ジメ チルー8-キノリノラート)(3,5-ジメチルフェニ ルフェノラート)アルミニウム、ビス(2,4-ジメチ ルー8ーキノリノラート)(3,5-ジーtert-ブチル フェニルフェノラート)アルミニウム、ビス(2-メチ ビス(2-メチル-8-キノリノラート)アルミニウ ム、ビス(2,4-ジメチル-8-キノリノラート)ア ルミニウム $-\mu$ -オキソービス(2,4-ジメチルー8 ーキノリノラート)アルミニウム、ビス(2-メチルー オキソービス(2-メチルー4-エチルー8-キノリノ ラート)アルミニウム、ビス(2-メチル-4-メトキ シー8ーキノリノラート) アルミニウムーμーオキソー ビス(2-メチル-4-メトキシ-8-キノリノラー ト)アルミニウム、ビス(2-メチル-5-シアノ-8 ーキノリノラート)アルミニウムーμーオキソービス (2-メチル-5-シアノ-8-キノリノラート)アル

-8-キノリノラート)アルミニウム-μーオキソービス(2-メチルー5-トリフルオロメチルー8-キノリノラート)アルミニウムなどを挙げることができる。勿論、発光性有機金属錯体は、単独で使用してもよく、あるいは複数併用してもよい。

【0139】電子注入輸送層5は、陰極からの電子の注入を容易にする機能、そして注入された電子を輸送する機能を有する化合物を含有する層である。

【0140】電子注入輸送層は、本発明に係る一般式 (1)で表される化合物および/または他の電子注入輸 送機能を有する化合物、例えば、トリス(8-キノリノ ラート)アルミニウム、ビス(10-ベンゾ[h]キノリ ノラート) ベリリウム、5-ヒドロキシフラボンのベリ リウム塩、5-ヒドロキシフラボンのアルミニウム塩な どの有機金属錯体; 1,3-ビス[5'-(p-tert ーブチルフェニル) -1,3,4-オキサジアゾールー 2'-イル]ベンゼンなどのオキサジアゾール誘導体; 〔例えば、3-(4'-tert-ブチルフェニル)-4 -フェニル-5-(4"-ビフェニル)-1,2,4-トリアゾールなどのトリアゾール誘導体;トリアジン誘 導体、ペリレン誘導体、キノリン誘導体、キノキサリン 誘導体、ジフェニルキノン誘導体、ニトロ置換フルオレ ノン誘導体、チオピランジオキサイド誘導体などを少な くとも一種用いて形成することができる。

【 0 1 4 1 】本発明に係る一般式(1)で表される化合物と他の電子注入輸送機能を有する化合物を併用する場合、電子注入輸送層中に占める本発明に係る一般式(1)で表される(4)である。1

(1)で表される化合物の割合は、好ましくは、0.1  $\sim 40$  重量%程度に調製する。

60 【 0 1 4 2 】本発明において、本発明に係る一般式 (1)で表される化合物と有機金属錯体(例えば、前記 一般式(a)~一般式(c)で表される化合物)を併用 して、電子注入輸送層を形成することは好ましい。陰極 6としては、比較的仕事関数の小さい金属、合金または 電気伝導性化合物を電極物質として使用することが好ま しい。

【0143】陰極に使用する電極物質としては、例えば、リチウム、リチウムーインジウム合金、ナトリウム、ナトリウムーカリウム合金、カルシウム、マグネシウム、マグネシウムー銀合金、マグネシウムーインジウム合金、インジウム、ルテニウム、チタニウム、マンガン、イットリウム、アルミニウム、アルミニウムーリチウム合金、アルミニウムーカルシウム合金、アルミニウムーマグネシウム合金、グラファイト薄膜などを挙げることができる。これらの電極物質は、単独で使用してもよく、あるいは、複数併用してもよい。

ト)アルミニウム、ビス(2-メチル-5-シアノ-8 【0144】陰極は、これらの電極物質を用いて、例え ーキノリノラート)アルミニウムーμーオキソービス ば、蒸着法、スパッタリング法、イオン化蒸着法、イオ (2-メチル-5-シアノ-8-キノリノラート)アル ンプレーティング法、クラスターイオンビーム法などの ミニウム、ビス(2-メチル-5-トリフルオロメチル 50 方法により、電子注入輸送層の上に形成することができ る。また、陰極は一層構造であってもよく、あるいは多層構造であってもよい。尚、陰極のシート電気抵抗は、数百Ω/□以下に設定することが好ましい。

【0145】陰極の厚みは、使用する電極物質の材料にもよるが、一般に、 $5\sim1000nm$ 程度、より好ましくは、 $10\sim500nm$ 程度に設定する。尚、有機電界発光素子の発光を効率よく取り出すために、陽極または陰極の少なくとも一方の電極が、透明ないし半透明であることが好ましく、一般に、発光光の透過率が70%以上となるように陽極の材料、厚みを設定することがより 10 好ましい。

【 0 1 4 6 】また、本発明の有機電界発光素子においては、その少なくとも一層中に、一重項酸素クエンチャーが含有されていてもよい。一重項酸素クエンチャーとしては、特に限定するものではなく、例えば、ルブレン、ニッケル錯体、ジフェニルイソベンゾフランなどが挙げられ、特に好ましくは、ルブレンである。

【0147】一重項酸素クエンチャーが含有されている層としては、特に限定するものではないが、好ましくは、発光層または正孔注入輸送層であり、より好ましくは、正孔注入輸送層である。尚、例えば、正孔注入輸送層に一重項クエンチャーを含有させる場合、正孔注入輸送層中に均一に含有させてもよく、正孔注入輸送層と隣接する層(例えば、発光層、発光機能を有する電子注入輸送層)の近傍に含有させてもよい。

【0148】一重項酸素クエンチャーの含有量としては、含有される層(例えば、正孔注入輸送層)を構成する全体量の $0.01\sim50$ 重量%、好ましくは、 $0.05\sim30$ 重量%、より好ましくは、 $0.1\sim20$ 重量%である。

【0149】正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層の形成方法に関しては、特に限定するものではなく、例えば、真空蒸着法、イオン化蒸着法、溶液塗布法(例えば、スピンコート法、キャスト法、ディップコート法、バーコート法、ロールコート法、ラングミュア・ブロゼット法、インクジェット法など)により薄膜を形成することにより作成することができる。

【0150】真空蒸着法により、各層を形成する場合、 真空蒸着の条件は、特に限定するものではないが、10 -3Pa程度の真空下で、50~600℃程度のボート温 40 度(蒸着源温度)、-50~300℃程度の基板温度 で、0.005~50nm/sec程度の蒸着速度で実 施することが好ましい。

【 0 1 5 1 】この場合、正孔注入輸送層、発光層、電子 注入輸送層などの各層は、真空下で、連続して形成する ことにより、諸特性に一層優れた有機電界発光素子を製 造することができる。

【 0 1 5 2 】真空蒸着法により、正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層などの各層を、複数の化合物を用いて形成する場合、化合物を入れた各ボートを個別に温度 50

制御して、共蒸着することが好ましい。

【0153】溶液塗布法により、各層を形成する場合、 各層を形成する成分あるいはその成分とバインダー樹脂 を、溶媒に溶解、または分散させて塗布液とする。

【0154】正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層の各層に使用しうるバインダー樹脂としては、例えば、ボリーNービニルカルバゾール、ポリアリレート、ポリスチレン、ポリエステル、ポリシロキサン、ポリエチルアクリレート、ポリメチルメタクリレート、ポリエーテル、ポリカーボネート、ポリアミド、ポリイミド、ポリアミドイミド、ポリパラキシレン、ポリエチレン、ポリフェニレンオキサイド、ポリエーテルスルフォン、ポリアニリンおよびその誘導体、ポリチオフェンおよびその誘導体、ポリフェニレンビニレンおよびその誘導体、ポリフルオレンおよびその誘導体、ポリチエニレンビニレンおよびその誘導体などの高分子化合物が挙げられる。バインダー樹脂は、単独で使用してもよく、あるいは、複数併用してもよい。

【0155】溶液塗布法により、各層を形成する場合、各層を形成する成分あるいはその成分とバインダー樹脂を、適当な有機溶媒および/または水に溶解、または分散させて塗布液とし、各種の塗布法により、薄膜を形成することができる。

【0156】有機溶媒の例としては、ヘキサン、オクタ ン、デカン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン、1 ーメチルナフタレンなどの炭化水素系溶媒; アセト ン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シ クロヘキサノンなどのケトン系溶媒; ジクロロメタ ン、クロロホルム、テトラクロロメタン、ジクロロエタ ン、トリクロロエタン、テトラクロロエタン、クロロベ ンゼン、ジクロロベンゼン、クロロトルエンなどのハロ ゲン化炭化水素系溶媒; 酢酸エチル、酢酸ブチル、酢 酸アミルなどのエステル系溶媒; メタノール、プロパ ノール、ブタノール、ペンタノール、ヘキサノール、シ クロヘキサノール、メチルセロソルブ、エチルセロソル ブ、エチレングリコールなどのアルコール系溶媒; ジ ブチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン、ア ニソールなどのエーテル系溶媒; N, N-ジメチルホ ルムアミド、N, N-ジメチルアセトアミド、1-メチ ルー2ーピロリドン、1ーメチルー2ーイミダゾリジノ ン、ジメチルスルフォキサイドなどの極性溶媒)尚、分 散する方法としては、特に限定するものではないが、例 えば、ボールミル、サンドミル、ペイントシェーカー、 アトライター、ホモジナイザーなどを用いて微粒子状に 分散することができる。

【0157】塗布液の濃度に関しては、特に限定するものではなく、実施する塗布法により、所望の厚みを作成するに適した濃度範囲に設定することができ、一般には、0.1~50重量%程度、好ましくは、1~30重量%程度の溶液濃度である。尚、バインダー樹脂を使用

する場合、その使用量に関しては、特に制限するものではないが、一般には、各層を形成する成分に対して(一層型の素子を形成する場合には、各成分の総量に対して)、5~99.9重量%程度、好ましくは、10~99.9重量%程度、より好ましくは、15~90重量%程度に設定する。

【0158】正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層の膜厚に関しては、特に限定するものではないが、一般に、5nm~5μm程度に設定することが好ましい。

【0159】尚、作製した素子に対し、酸素や水分との 10 接触を防止する目的で、保護層(封止層)を設けたり、また、素子を、例えば、パラフィン、流動パラフィン、シリコンオイル、フルオロカーボン油、ゼオライト含有フルオロカーボン油などの不活性物質中に封入して保護することができる。

【 O 1 6 O 】保護層に使用する材料としては、例えば、 製造 有機高分子材料、無機材料、さらには光硬化性樹脂など りに を挙げることができ、保護層に使用する材料は、単独で たり 使用してもよく、あるいは複数併用してもよい。保護層 号A は、一層構造であってもよく、また多層構造であっても 20 た。 よい。 【 O

【0161】有機高分子材料の例としては、フッ素化樹脂、エポキシ樹脂、シリコーン樹脂、エポキシシリコーン樹脂、ポリスチレン、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリアミド、ポリイミド、ポリアミドイミド、ポリパラキシレン、ポリエチレン、ポリフェニレンオキサイドなどを挙げることができる。

【0162】無機材料としては、ダイヤモンド薄膜、アモルファスシリカ、電気絶縁性ガラス、金属酸化物、金属窒化物、金属炭素化物、金属硫化物などを挙げること 30ができる。

【0163】電極に保護層として、例えば、金属酸化膜 (例えば、酸化アルミニウム膜)、金属フッ化膜を設けることもできる。また、例えば、陽極の表面に、例えば、有機リン化合物、ポリシラン、芳香族アミン誘導体、フタロシアニン誘導体から成る界面層(中間層)を設けることもできる。さらに、電極、例えば、陽極はその表面を、例えば、酸、アンモニア/過酸化水素、あるいはプラズマで処理して使用することもできる。

【0164】本発明の有機電界発光素子は、一般に、直流駆動型の素子として使用されるが、パルス駆動型または交流駆動型の素子としても使用することができる。印可電圧は、一般に、2~30V程度である。

【0165】本発明の有機電界発光素子は、例えば、パネル型光源、各種の発光素子、各種の表示素子、各種の 標識、各種のセンサーなどに使用することができる。

#### [0166]

【実施例】以下に、製造例および実施例により、本発明 を更に詳細に説明するが、本発明はこれらの例により何 ら限定されるものではない。 【0167】(製造例1) 例示化合物A-1の製造2-(4'-ブロモフェニル)-5-〔4'-(2"-フェニル-1"-エテニル)フェニル〕-3,4-ジフェニルチオフェン5.70g、ジフェニルアミン1.69g、炭酸カリウム2.07gおよび銅粉7.94gをoージクロロベンゼン50m1中、窒素雰囲気下、180~185℃で10時間加熱攪拌した。その後、反応混合物を100℃まで冷却し、トルエンを添加した。さらに反応混合物を室温まで冷却し、不溶物を沪別した後、沪液を水洗し、ロージクロロベンゼンおよびトルエンを減圧下に留去した。残さをシリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製し、さらにトルエンを用いて再結晶を行い、例示化合物番号A-1の化合物を淡黄色の結晶として4.75gを得た。

94

【0168】(製造例2) 例示化合物A-4の製造製造例1において、ジフェニルアミン1.69gの代わりに、1-フェニルアミノナフタレン2.19gを用いた以外は、製造例1に記載の操作に従い、例示化合物番号A-4の化合物を淡黄色の結晶として5.38g得た。

【0169】(製造例3) 例示化合物B-3の製造製造例1において、2-(4'-) ロモフェニル)-5 -(4'-(2"-) フェニルー1" - エテニル)フェニル〕-3、4- ジフェニルチオフェン5、70 gの代わりに、2-(4'-) ロモフェニル)-5 -(4'-) (2" - フェニル-2" - メチルー1" - エテニル)フェニル〕-3、4- ジフェニルチオフェン5、84 gを、ジフェニルアミン1、69 gの代わりに、カルバゾール1、67 gを用いた以外は、製造例1に記載の操作に従い、例示化合物番号B-3の化合物を淡黄色の結晶として4、23 g得た。

【0170】(製造例4) 例示化合物B-9の製造製造例1において、2-(4'-) ロモフェニル)-5 -(4'-(2''-) フェニルー1" ーエテニル)フェニル〕-3、4- ジフェニルチオフェン5、70 gの代わりに、2-(4'-) ロモフェニル)-5 -(4'-) (2" -フェニル-2" -メチルー1" -エテニル)フェニル〕-3、4- ジフェニルチオフェン5、84 gを、ジフェニルアミン1、69 gの代わりに、4- フェニルアミノビフェニル2、45 gを用いた以外は、製造例1に記載の操作に従い、例示化合物番号B-9の化合物を淡黄色の結晶として4、98 g得た。

【0171】(製造例5) 例示化合物C-1の製造製造例1において、2-(4'-ブロモフェニル)-5-[4'-(2"-フェニル-1"-エテニル)フェニル]-3,4-ジフェニルチオフェン5.70gの代わりに、2-(4'-ブロモフェニル)-5-[4'-(2"-フェニル-1"-メチル-1"-エテニル)フェニル]-3,4-ジフェニルチオフェン5.84gを50用いた以外は、製造例1に記載の操作に従い、例示化合

物番号C-1の化合物を淡黄色の結晶として3.88g 得た。

【0172】(製造例6) 例示化合物C-17の製造 製造例1において、2-(4.-ブロモフェニル)-5 -〔4' − (2" −フェニル−1" −エテニル)フェニ  $\nu$ ] -3, 4-ジフェニルチオフェン5.70gの代わりに、2-(4'-ブロモフェニル)-5-{4'-〔2" - (1'''-ナフチル) -1" -メチル-1" -エテニル〕フェニル > -3,4-ジフェニルチオフェン 6.34gを、ジフェニルアミン1.69gの代わり に、1-フェニルアミノナフタレン2.19gを用いた 以外は、製造例1に記載の操作に従い、例示化合物番号 C-17の化合物を淡黄色の結晶として4.82g得 た。

【0173】(製造例7) 例示化合物D-16の製造 製造例1において、2-(4'-ブロモフェニル)-5 - 〔4'-(2"-フェニル-1"-エテニル)フェニ ル〕-3,4-ジフェニルチオフェン5.70gの代わ りに、2-(4'-ブロモフェニル)-5-{4'-〔2" - (4'''-フェニルフェニル) - 2" -メチル -1" - x + y - 1" - x + z - y - 1" - x + y - 3, 4ージフェニルチオフェン6.74gを用いた以外は、製 造例1に記載の操作に従い、例示化合物番号D-16の 化合物を淡黄色の結晶として5.20g得た。

【0174】(製造例8) 例示化合物E-2の製造 製造例1において、2-(4'-ブロモフェニル)-5 - 〔4'-(2"-フェニル-1"-エテニル)フェニ ル〕-3,4-ジフェニルチオフェン5.70gの代わ りに、2-(4'-ブロモフェニル)-5-{4'-エテニル〕フェニル > -3,4-ジフェニルチオフェン 6.74gを、ジフェニルアミン1.69gの代わり に、ジ(4-メチルフェニル)アミン1.97gを用い た以外は、製造例1に記載の操作に従い、例示化合物番 号E-2の化合物を淡黄色の結晶として5.45g得 た。

【0175】(製造例9) 例示化合物E-15の製造 製造例1において、2-(4'-ブロモフェニル)-5 - 〔4'-(2"-フェニル-1"-エテニル)フェニ ル〕-3,4-ジフェニルチオフェン5.70gの代わ 40 りに、2-(4'-ブロモフェニル)-5-〔4'-(2", 2"ージフェニルー1"ーエテニル)フェニ ル〕-3、4-ジフェニルチオフェン6、46gを、ジ フェニルアミン1.69gの代わりに、ジ(2-ナフチ ル)アミン2.69gを用いた以外は、製造例1に記載 の操作に従い、例示化合物番号E-15の化合物を淡黄 色の結晶として5.86g得た。

【0176】(製造例10) 例示化合物E-23の製 造

-[4'-(2"-7x-2)-1"-x-2]ル〕-3,4-ジフェニルチオフェン5.70gの代わ りに、2-(4'-ブロモフェニル)-5-{4'-〔2", 2" -ジ (1'''-ナフチル) -1" -エテニ  $\nu$ 〕フェニル $\{-3, 4-i$ ジフェニルチオフェン $\{7, 4\}$ 6 gを用いた以外は、製造例1に記載の操作に従い、例 示化合物番号E-23の化合物を淡黄色の結晶として 6.10 g 得た。

【0177】(製造例11) 例示化合物F-1の製造 製造例1において、2-(4'-ブロモフェニル)-5 - 〔4'-(2"-フェニル-1"-エテニル)フェニ りに、2-(4'-ブロモフェニル)-5-〔4'-(2", 2"-ジフェニル-1"-メチル-1"-エテ ニル)フェニル]-3,4-ジフェニルチオフェン6. 60gを用いた以外は、製造例1に記載の操作に従い、 例示化合物番号F-1の化合物を淡黄色の結晶として 5.23g得た。

【0178】(製造例12) 例示化合物F-22の製 造 20

製造例1において、2-(4'-ブロモフェニル)-5 - [4'-(2"-フェニル-1"-エテニル)フェニ ル〕-3,4-ジフェニルチオフェン5.70gの代わ りに、2-(4'-ブロモフェニル)-5-{4'-〔2"-フェニル-2"-(4""-フェニルフェニ ル)-1"-メチル-1"-エテニル]フェニル}-3,4-ジフェニルチオフェン7.36gを用いた以外 は、製造例1に記載の操作に従い、例示化合物番号Fー 22の化合物を淡黄色の結晶として6.18g得た。

【0179】(製造例13) 例示化合物G-3の製造 製造例1において、2-(4.-ブロモフェニル)-5 - [4'-(2"-フェニル-1"-エテニル)フェニ ル〕-3,4-ジフェニルチオフェン5.70gの代わ りに、2-(4'-ブロモフェニル)-5-〔4'-(2"-フェニル-1"-フェニル-1"-エテニル) フェニル〕-3,4-ジフェニルチオフェン6.46g を、ジフェニルアミン1.69gの代わりに、フェノキ サジン1.83gを用いた以外は、製造例1に記載の操 作に従い、例示化合物番号G-3の化合物を淡黄色の結 晶として4.65g得た。

【 0 1 8 0 】 (製造例 1 4 ) 例示化合物 G – 1 9 の製 造

製造例1において、2-(4'-ブロモフェニル)-5 - 〔4'-(2"-フェニル-1"-エテニル)フェニ  $\nu$ 〕-3, 4-ジフェニルチオフェン5.70gの代わ りに、2-(4'-ブロモフェニル)-5-〔4'-(2" - 7x - 1" - 7x - 1" - 7x - 1" - 7x - 1")フェニル〕-3,4-ジフェニルチオフェン6.46g を、ジフェニルアミン1.69gの代わりに、ジ(4-製造例1において、2-(4'-ブロモフェニル)-5-50 メトキシフェニル)アミン2.29gを用いた以外は、

製造例1に記載の操作に従い、例示化合物番号G-19 の化合物を淡黄色の結晶として5.16g得た。

【0181】(製造例15) 例示化合物H-9の製造製造例1において、2-(4'-)でロモフェニル)-5-(4'-(2''-)フェニル-1'' -エテニル)フェニル〕-3, 4-ジフェニルチオフェン5. 70 gの代わりに、2-(4''-) では、2-(4''-) では、2-(4''-) では、2-(4''-) では、2-(4'') (2'') では、2-(4'') で

【0182】(製造例16) 例示化合物H-16の製造

製造例 1 において、2-(4'-) ロモフェニル) -5 -(4'-(2''-) フェニルー1'' ーエテニル) フェニル] -3, 4- ジフェニルチオフェン5. 70 gの代わりに、2-(4''-) ロモフェニル)  $-5-\{4''-(2''-)$  メチルー2''-(4'''-) フェニルフェニル) -1'' ーフェニルー1'' ーエテニル〕 フェニル -3, 4- ジフェニルチオフェン7. 36 gを、ジフェニルアミン1. 69 gの代わりに、1- フェニルアミノナフタレン2. 19 gを用いた以外は、製造例 1 に記載の操作に従い、例示化合物番号1 H 1 6 の化合物を淡黄色の結晶として1 6 1 7 g得た。

【0183】(製造例17) 例示化合物 I-1の製造製造例1において、2-(4'-7)ロモフェニル)-5-(4'-(2"-7)ェニルー1"-エテニル)フェニル〕-3, 4-ジフェニルチオフェン5. 70 gの代わりに、2-(4'-7)ロモフェニル)-5-(4'-(2",2"-3)フェニル-1"-フェニル-1"-エテニル)フェニル〕-3, 4-ジフェニルチオフェン-22gを用いた以外は、製造例1に記載の操作に従い、例示化合物番号 I-1の化合物を淡黄色の結晶としてg得た。

【0184】(製造例18) 例示化合物 I-19の製造

製造例 1 において、2-(4) ープロモフェニル) -5 ー [4] ー (2] ーフェニルー1 ーエテニル)フェニル ] ー 3 、4 ージフェニルチオフェン5 . 7 0 gの代わりに、2-(4) ープロモフェニル) ] ー [4] ー [2] 、[2] ー [4] ー [2] 、[2] ー [4] ー [2] 、[2] ー [4] ー [2] ・

【0185】(実施例1)厚さ200nmのITO透明 0nmの厚さに蒸着し、発光層とした以外は、実施例1 電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセト 50 に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。この

ン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒 素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した 後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を4 ×10<sup>-3</sup>Paに減圧した。まず、ITO透明電極上に、 4,4'-ビス[N-フェニル-N-(3"-メチルフ ェニル)アミノ〕ビフェニルを蒸着速度0.2nm/s e cで75 nmの厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とし た。次いで、その上に、ビス(2-メチル-8-キノリ **ノラート)(4-フェニルフェノラート)アルミニウム** 10 と例示化合物番号A-1の化合物を、異なる蒸着源か ら、蒸着速度0.2nm/secで50nmの厚さに共 蒸着(重量比100:0.5)し、発光層とした。次 に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸 着速度0.2nm/secで50nmの厚さに蒸着し、 電子注入輸送層とした。さらにその上に、マグネシウム と銀を、蒸着速度0.2nm/secで200nmの厚 さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界 発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を 保ったまま実施した。作製した有機電界発光素子に、乾 燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ、55 mA/cm<sup>2</sup>の電流が流れた。輝度2420cd/m<sup>2</sup>の 青緑色の発光が確認された。

【0186】(実施例2~18)実施例1において、発 光層の形成に際して、例示化合物 A-1の化合物を使用 する代わりに、例示化合物番号A-4の化合物(実施例 2)、例示化合物番号B-3の化合物(実施例3)、例 示化合物番号B-9の化合物(実施例4)、例示化合物 番号C-1の化合物(実施例5)、例示化合物番号C-17の化合物(実施例6)、例示化合物番号D-16の 化合物(実施例7)、例示化合物番号E-2の化合物 (実施例8)、例示化合物番号E-15の化合物(実施 例9)、例示化合物番号E-23の化合物(実施例1 0)、例示化合物番号F-1の化合物(実施例11)、 例示化合物番号F-22の化合物(実施例12)、例 示化合物番号G-3の化合物(実施例13)、例示化合 物番号G-19の化合物(実施例14)、例示化合物番 号H-9の化合物(実施例15)、例示化合物番号H-16の化合物(実施例16)、例示化合物番号Ⅰ-1の 化合物 (実施例17)、例示化合物番号 I-19の化合 物(実施例18)を使用した以外は、実施例1に記載の 方法により有機電界発光素子を作製した。それぞれの素 子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したとこ ろ、青~青緑色の発光が確認された。さらにその特性を 調べ、結果を(第1表)に示した。

【0187】(比較例1)実施例1において、発光層の形成に際して、例示化合物番号A-1の化合物を使用せずに、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(4-フェニルフェノラート)アルミニウムだけを用いて、50nmの厚さに蒸着し、発光層とした以外は、実施例1に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。この

素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したと ころ、青色の発光が確認された。さらにその特性を調 べ、結果を(第1表)に示した。

【0188】(比較例2)実施例1において、発光層の 形成に際して、例示化合物番号A-1の化合物を使用す る代わりに、N-メチル-2-メトキシアクリドンを使 用した以外は、実施例1に記載の方法により有機電界発 光素子を作製した。この素子に、乾燥雰囲気下、12V の直流電圧を印加したところ、青色の発光が確認され た。さらにその特性を調べ、結果を(第1表)に示し た。

# [0189] 【表1】

第 1 裏

	第1表	
有機電界	輝度	電流密度
発光素子	(cd/m2)	(mA/cm2)
実施例 2	2 4 2 0	5 4
実施例3	2340	5 5
実施例 4	2440	5 4
実施例 5	2380	5 4
実施例 6	2360	5 5
実施例?	2320	5 4
実施例8	2480	5 3
実施例 9	2390	5 5
実施例10	2340	5 4
実施例11	2510	5 5
実施例12	2340	5 3
実施例13	2420	5 6
実施例14	2340	54
実施例15	2360	5 3
実施例16	2440	5 6
実施例17	2340	5 6
実施例18	2 3 3 0	5 5
比較例 1	1170	8 2
比較例 2	1550	7 4

【0190】(実施例19)厚さ200mmのITO透 明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセ トン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を 窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した 後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を4 ×10-4Paに減圧した。まず、ITO透明電極上に、 4, 4', 4"-トリス [N-(3'''-メチルフェニ ル)-N-フェニルアミノ〕トリフェニルアミンを蒸着 速度 0.1 n m/secで、50 n m の 厚さに 蒸着し、第 50

一正孔注入輸送層とした。次いで、4,4',-ビス [N-フェニル-N-(1"-ナフチル)アミノ] ビフ ェニルと例示化合物番号A-1の化合物を、異なる蒸着 源から、蒸着速度0.2nm/secで20nmの厚さに 共蒸着(重量比100:5.0)し、第二正孔注入輸送 層を兼ねた発光層とした。次いで、その上に、トリス (8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度0. 2nm/secで50nmの厚さに蒸着し、電子注入輸送 層とした。さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着 10 速度0.2 nm/secで200 nmの厚さに共蒸着(重 量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製 した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施 した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、1 5 Vの直流電圧を印加したところ、60mA/cm2の電 流が流れた。輝度2620cd/m²の青緑色の発光が 確認された。

100

【0191】(実施例20~36)実施例19におい て、発光層の形成に際して、例示化合物A-1の化合物 を使用する代わりに、例示化合物番号A-4の化合物 20 (実施例20)、例示化合物番号B-3の化合物(実施 例21)、例示化合物番号B-9の化合物(実施例2 2)、例示化合物番号C-1の化合物(実施例23)、 例示化合物番号C-17の化合物(実施例24)、例示 化合物番号D-16の化合物(実施例25)、例示化合 物番号E-2の化合物(実施例26)、例示化合物番号 E-15の化合物(実施例27)、例示化合物番号E-23の化合物(実施例28)、例示化合物番号F-1の 化合物(実施例29)、 例示化合物番号F-22の化 合物(実施例30)、例示化合物番号G-3の化合物 30 (実施例31)、例示化合物番号G-19の化合物(実 施例32)、例示化合物番号H-9の化合物(実施例3 3)、例示化合物番号H-16の化合物(実施例3 4)、例示化合物番号 I-1の化合物(実施例35)、 例示化合物番号 I-19の化合物(実施例36)を使用 した以外は、実施例19に記載の方法により有機電界発 光素子を作製した。それぞれの素子に、乾燥雰囲気下、 15Vの直流電圧を印加したところ、青~青緑色の発光 が確認された。さらにその特性を調べ、結果を(第2 表)に示した。

[0192]

【表2】

101 第2表

	96 4 32	
有機電界	輝度	電流密度
発光素子	(cd/m2)	(mA/cm2)
実施例20	2640	5 4
実施例21	2630	5 6
実施例22	2580	5 7
実施例23	2530	5 5
実施例24	2520	5 4
実施例25	2540	5 5
実施例26	2590	5 7
実施例27	2 4 8 0	5 7
実施例28	2620	5 5
実施例29	2620	5 4
実施例30	2610	5 4
実施例31	2580	5 6
実施例32	2490	5 6
実施例33	2550	5 4
実施例34	2640	6 3
実施例35	2 4 7 0	5 5
実施例36	2 4 5 0	5 6
	1	

【0193】(実施例37)厚さ200nmのITO透 明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセ トン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を 窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した 30 後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を4 ×10-4Paに減圧した。まず、ITO透明電極上に、 4, 4'-ビス[N-フェニル-N-(3"-メチルフ ェニル) アミノ〕ビフェニルを蒸着速度 0.2 n m/se cで75nmの厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。 次いで、その上に、ビス(2-メチル-8-キノリノラ ート)(4-フェニルフェノラート)アルミニウムと例 示化合物番号A-1の化合物を、異なる蒸着源から、蒸 着速度0.2nm/secで50nmの厚さに共蒸着(重 量比100:2.0)し、発光層とした。次に、1,3 ービス〔5'-(4"-tert-ブチルフェニル)-1', 3', 4'-オキサジアゾール-2'-イル〕ベ ンゼンを、蒸着速度0.2 n m/secで50 n mの厚さ に蒸着し、電子注入輸送層とした。さらにその上に、マ グネシウムと銀を、蒸着速度0.2nm/secで200 nmの厚さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、 有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減 圧状態を保ったまま実施した。作製した有機電界発光素 子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したとこ ろ、54mA/cm<sup>2</sup>の電流が流れた。輝度2560cd

/m<sup>2</sup>の青緑色の発光が確認された。

【0194】(実施例38)実施例37において、発光層の形成に際して、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(4-フェニルフェノラート)アルミニウムと例示化合物A-1の化合物を使用する代わりに、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムと例示化合物番号C-17の化合物を用いて、50nmの厚さに共蒸着(重量比100:4.0)し、発光層とした以外は、実施例37に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ、56mA/cm²の電流が流れた。輝度2680cd/m²の青緑色の発光が確認された。

102

【0195】(実施例39)実施例37において、発光層の形成に際して、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(4-フェニルフェノラート)アルミニウムと例示化合物A-1の化合物を使用する代わりに、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)アルミニウムールーオキソービス(2-メチル-8-キノリノラート)アルミニウムと例示化合物番号E-15の化合物を用いて、50nmの厚さに共蒸着(重量比100:3.0)し、発光層とした以外は、実施例37に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ、51mA/cm²の電流が流れた。輝度2570cd/m²の青緑色の発光が確認された。

【0196】(実施例40)厚さ200nmのITO透 明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセ トン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を 窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄し た。次に、IT〇透明電極上に、ポリーNービニルカル バゾール(重量平均分子量150000)、例示化合物 番号A-1の化合物、クマリン6〔"3-(2'-ベン ゾチアゾリル)-7-ジエチルアミノクマリン" (緑色 の発光成分)〕、およびDCM-1〔"4-(ジシアノ メチレン) -2-メチル-6-(4'-ジメチルアミノ スチリル)-4H-ピラン"(オレンジ色の発光成 分)〕を、それぞれ重量比100:5:3:2の割合で 含有する3重量%のジクロロエタン溶液を用いて、ディ ップコート法により、400nmの発光層を形成した。 次に、この発光層を有するガラス基板を、蒸着装置の基 板ホルダーに固定した後、蒸着槽を4×10-4Paに減圧 した。さらに、発光層の上に、3-(4'-tert-ブチ ルフェニル) -4-フェニル-5-(4"-フェニルフ ェニル)-1, 2, 4-トリアゾールを蒸着速度0. 2 nm/secで20nmの厚さに蒸着した後、さらにその 上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、 蒸着速度0.2nm/secで30nmの厚さに蒸着し、 電子注入輸送層とした。さらにその上に、マグネシウム 50 と銀を、蒸着速度 0.2 n m/secで 200 n mの厚さ

に共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発 光素子を作製した。作製した有機電界発光素子に、乾燥 雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ、73m A/cm²の電流が流れた。輝度1420cd/m²の白色 の発光が確認された。

【0197】(実施例41~48)実施例40におい て、例示化合物番号A-1の化合物を使用する代わり に、例示化合物番号B-9の化合物(実施例41)、例 示化合物番号C-1の化合物(実施例42)、例示化合 物番号D-16の化合物(実施例43)、例示化合物番 10 ろ、57mA/cm²の電流が流れた。輝度2880cd 号E-2の化合物(実施例44)、例示化合物番号F-22の化合物(実施例45)、例示化合物番号G-3の 化合物(実施例46)、例示化合物番号H-16の化合 物(実施例47)、例示化合物番号I-19の化合物 (実施例48)を使用した以外は、実施例40に記載の 方法により有機電界発光素子を作製した。それぞれの素 子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したとこ ろ、白色の発光が観察された。さらにその特性を調べ、 結果を(第3表)に示した。

# [0198] 【表3】

第3表

	<b>毎り</b> な	
有機電界	輝度	電流密度
発光素子	(cd/m2)	(m A / c m 2)
実施例41	1580	7 8
実施例42	1 2 8 0	7 6
実施例43	1350	7 4
実施例44	1 2 4 0	7 1
実施例45	1260	7 5
実施例46	1 3 4 0	68
実施例47	1530	7 7
実施例48	1460	7 4

【0199】(実施例49)厚さ200nmのITO透 明電極 (陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセ トン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を 窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した 後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を4 ×10-4Paに減圧した。まず、ITO透明電極上に、例 示化合物番号A-4の化合物を蒸着速度0.2nm/se cで75nmの厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。 次いで、その上に、トリス(8-キノリノラート)アル ミニウムを蒸着速度0.2nm/secで50nmの厚さ に蒸着し、電子注入輸送層を兼ねた発光層とした。さら にその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度0.2nm /secで200nmの厚さに共蒸着(重量比10:1) して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着 は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。作製した 50

有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧 を印加したところ、55mA/cm2の電流が流れた。輝 度2690cd/m²の緑色の発光が確認された。

104

【0200】(実施例50)実施例49において、正孔 注入輸送層の形成に際して、例示化合物番号A-4の化 合物を使用する代わりに、例示化合物番号B-3の化合 物を使用した以外は、実施例49に記載の方法により有 機電界発光素子を作製した。作製した有機電界発光素子 に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したとこ /m<sup>2</sup>の緑色の発光が確認された。

【0201】(実施例51)実施例49において、正孔 注入輸送層の形成に際して、例示化合物番号A-4の化 合物を使用する代わりに、例示化合物番号C-1の化合 物を使用した以外は、実施例49に記載の方法により有 機電界発光素子を作製した。作製した有機電界発光素子 に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したとこ ろ、55mA/cm<sup>2</sup>の電流が流れた。輝度2630cd /m<sup>2</sup>の緑色の発光が確認された。

20 【0202】(実施例52)実施例49において、正孔 注入輸送層の形成に際して、例示化合物番号A-4の化 合物を使用する代わりに、例示化合物番号E-2の化合 物を使用した以外は、実施例49に記載の方法により有 機電界発光素子を作製した。作製した有機電界発光素子 に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したとこ ろ、54mA/cm²の電流が流れた。輝度2530cd /m<sup>2</sup>の緑色の発光が確認された。

【0203】(実施例53)実施例49において、正孔 注入輸送層の形成に際して、例示化合物番号A-4の化 30 合物を使用する代わりに、例示化合物番号 I-1の化合 物を使用した以外は、実施例49に記載の方法により有 機電界発光素子を作製した。作製した有機電界発光素子 に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したとこ ろ、55mA/cm<sup>2</sup>の電流が流れた。輝度2740cd /m²の緑色の発光が確認された。

#### [0204]

【発明の効果】本発明により、発光輝度が優れた有機電 界発光素子を提供することが可能になった。さらに、該 発光素子に適した化合物を提供することが可能になっ 40 た。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】有機電界発光素子の一例の概略構造図である。

【図2】有機電界発光素子の一例の概略構造図である。

【図3】有機電界発光素子の一例の概略構造図である。

【図4】有機電界発光素子の一例の概略構造図である。

【図5】有機電界発光素子の一例の概略構造図である。

【図6】有機電界発光素子の一例の概略構造図である。

【図7】有機電界発光素子の一例の概略構造図である。

【図8】有機電界発光素子の一例の概略構造図である。

【符号の説明】

1 :基板
 2 :陽極

3 : 正孔注入輸送層

4 : 発光層

4': 発光層(発光成分および正孔注入輸送成分を混合

した層)

4": 発光層(発光成分および電子注入輸送成分を混合

した層

4''': 発光層(発光成分、正孔注入輸送成分および電

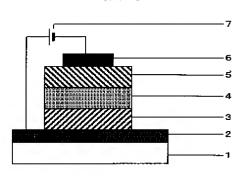
子注入輸送成分を混合した層)

5 : 電子注入輸送層

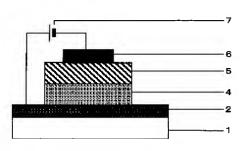
6 : 陰極

7 :電源

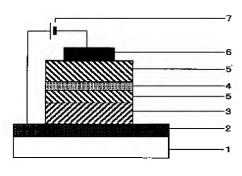
【図1】



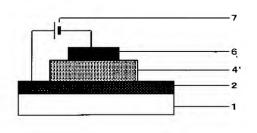
【図3】



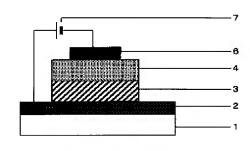
【図5】



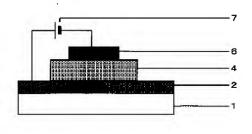
【図7】



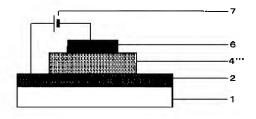
【図2】



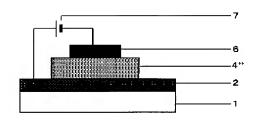
【図4】



【図6】



【図8】



フロントページの続き

 (51) Int. C1.7
 識別記号
 F I
 デーマコード (参考)

 H O 5 B
 33/22
 B
 33/22
 D

(72)発明者 戸谷 由之 (72)発明者 中塚 正勝 千葉県袖ヶ浦市長浦580-32 三井化学株 式会社内 式会社内 下ターム(参考) 3K007 AB02 AB03 AB04 CA01 CB01 DA01 DB03 EB00 **DERWENT-ACC-NO:** 2003-528442

**DERWENT-WEEK:** 200659

COPYRIGHT 2009 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Organic electroluminescent element

has layer(s) containing thiophene derivative(s), clamped between pair

of electrodes

INVENTOR: ISHIDA T; NAKATSUKA M ; SHIMAMURA T ;

TANABE Y ; TOTANI Y

PATENT-ASSIGNEE: MITSUI CHEM INC[MITA]

**PRIORITY-DATA:** 2001JP-353764 (November 19, 2001)

## PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE
JP 2003157977 A	May 30, 2003	JA
JP 3818894 B2	September 6, 2006	JA

## APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL- DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP2003157977A	N/A	2001JP- 353764	November 19, 2001
JP 3818894B2	Previous Publ	2001JP- 353764	November 19, 2001

## INT-CL-CURRENT:

TYPE	IPC DATE	
CIPP	H01L51/50	20060101
CIPP	H01L51/50	20060101
CIPS	C09K11/06	20060101
CIPS	C09K11/06	20060101
CIPS	н05в33/14	20060101
CIPS	H05B33/22	20060101

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 2003157977 A

## BASIC-ABSTRACT:

NOVELTY - An organic electroluminescent element has a layer(s) containing thiophene derivative(s), clamped between a pair of electrodes.

DESCRIPTION - An organic electroluminescent element has a layer(s) containing thiophene derivative(s) having formula (1), clamped between a pair of electrodes. FORMULA (1), PAGE 2

R1-R3 = H, linear branched or cyclic alkyl, substituted or unsubstituted aryl or substituted or unsubstituted aralkyl;

Ar1 and Ar2 = substituted or unsubstituted aryl, and Ar1 and Ar2 may form a nitrogen-containing heterocyclic ring; and

Z1 and Z2 = H, halogen, linear branched or cyclic alkyl, linear branched or cyclic alkoxy, substituted or unsubstituted aryl, substituted or unsubstituted aralkyl or substituted or unsubstituted amino.

An INDEPENDENT CLAIM is also included for thiophene compound of formula (1).

USE - As panel-type light sources, such as back light.

ADVANTAGE - The organic electroluminescent element provides excellent light-emission brightness.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure shows outline structural drawing of organic electroluminescent element.

positive hole pouring transportation layer (3)

light-emitting layer (4)

electron pouring transportation layer (5)

# **EQUIVALENT-ABSTRACTS:**

ORGANIC CHEMISTRY

Preferred Composition: The layer clamped between the electrodes, further comprises a luminescent organometallic complex and/or a triaryl amine derivative. Preferred Property: The layer clamped between the electrodes, is a light-emitting layer (4) or a positive hole pouring transportation layer (3). Preferred Arrangement: The organic electroluminescent element further has a positive hole pouring transportation layer (3) and/or an electron pouring transportation layer (5).

CHOSEN-DRAWING: Dwg.1/8

TITLE-TERMS: ORGANIC ELECTROLUMINESCENT ELEMENT

LAYER CONTAIN THIOPHENE DERIVATIVE

CLAMP PAIR ELECTRODE

DERWENT-CLASS: U11 U14 W05 X26

**EPI-CODES:** U11-A15B; U14-J; W05-E05B1; W05-E05B7; X26-J;

# SECONDARY-ACC-NO:

Non-CPI Secondary Accession Numbers: 2003-419475